

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires

# Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état  
Option : Contrôle de Qualité et analyse

## Thème

*Influence de la maturation des olives sur l'activité  
antioxydante de l'huile de la variété Chemlal*

Présenté par :

*HASSENE siham*

*MEKBEL siham*

Devant le jury :

Présidente: *M<sup>lle</sup> MEKHOUKHE A.*

Promotrice: *M<sup>me</sup> DEFLAOUI L.*

Examinatrice I: *M<sup>me</sup> BERKATI S.*

Examinatrice II: *M<sup>me</sup> AIDLI A.*

2012/2013



# Remerciements

*✎ Louanges à ALLAH le clément, le tout puissant qui nous a procuré la patience, la force et le courage d'aller au bout de notre objectif.*

*✎ Nos vifs remerciements à notre promotrice, Mme Deflaoui, pour nous avoir encadrées, en nous faisant bénéficier de ses connaissances, de son aide et de ses conseils et orientations.*

*✎ Nous tenons à remercier chaleureusement les membres du jury qui nous ont fait l'honneur d'examiner ce modeste travail.*

*✎ J'aimerais remercier aussi Mr. SEBAI, le directeur de l'I.T.A.F.V. de Takrietz, pour son accueil et d'avoir accepté de nous fournir les échantillons. Ainsi que Melle. S. KECIRI pour son aide précieuse et sa disponibilité.*

*✎ Enfin, nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

## *Dédicace*

*Grâce à notre bonne volonté, notre acharnement, DIEU tout puissant nous a donné la force et le courage pour mener à réaliser  
Ce travail que je dédie :*

*A mes très chers parents, symbole de reconnaissance et de remerciement  
sur tout ce qu'ils m'ont donné dans ma vie et auxquels*

*Je ne pourrais leur rendre assez*

*A mes très chers frères HICHEM ET HOUSSEM*

*A ma chère sœur RYHAM*

*A mes grandes mères, mes oncles et mes tantes*

*A mes cousins et cousines*

*A mon binôme SIHAM et toutes sa famille*

*A mes chères copines : HANA, FATIHA, KELTOUM, LINA,  
NADJMA, SONIA, OUARDIA, ZAHIA, ZAHRA et ZINA*

*A mes chers amis : SADIKA, LYNDIA, SONIA, LYNDIA, NOURA,  
SALIMA, KATIA, KHALED, NASSIM, NADIR*

*AHMED, SOUFIAN ET NABIL.*

*A mon ami : AMER pour son soutien*

*A toute la promotion CQA 2012/2013*

*Siham. H*

## *Dédicaces*

*Je dédie ce travail :*

*À mon très cher père pour tous ce qu'il a fait pour moi durant toutes mes années d'étude, pour ses encouragements et ses conseils*

*À ma très chère mère pour son sacrifice, son aide, ses conseils et sa patience.*

*« Mes parents qui se sont sacrifiés pour que je réussisse dans mes études et qui m'ont soutenu, je leur exprimes toute ma tendresse et mes reconnaissances .que Dieu vous garde pour moi ».*

*À mes grands-parents.*

*À mes chères sœurs Souad, Lynda et Hanane.*

*À mon cher frère Billal*

*À mes tentes et leurs maries et mes oncles et leurs femmes*

*À mes cousins et cousines surtout les petits : Madjid, Khalil, Yannis, Alicia, Cilia, Yanis, wrida et Hanni.*

*À celui qui vient d'éclairer le chemin de ma vie Tahar*

*À l'ensemble de l'association des sourds muets*

*A mon binôme Siham et sa famille*

*A mes chers amis : Lynda Ham, Lynda M, Sonia, Noura, Cylia, Lynda, Fahima, Radia, Samira, Khaled, Ahmed, Djaouida....et toute leur famille.*

*A mes copines de chambre*

*A toute la promotion CQA2012/2013*

*Siham.M*

## *Liste des abréviations*

---

- ABTS** : acide 2,2'-Azobis-ethylBenzoThiazoline-6-Sulphonique.
- ADN** : Acide Désoxyribonucléique.
- AGI** : Acide Gras Insaturé.
- AGS** : Acide Gras Saturé.
- C.O.I** : Conseil Oléicole International.
- C.E** : Commission Européen.
- CPG** : Chromatographique Phase Gazeuse.
- Da** : Dalton.
- DPPH** : 2,2-Diphényl-1-PicrylHydrazyle
- E.A.G** : Equivalent en Acide Gallique.
- E.A.C** : Equivalent en Acide Caféique.
- E.T** : Equivalent Trolox.
- J.A.F** : Jours Après Floraison.
- TEAC** : Antioxydant Equivalent de Trolox Capacité.

<b>Figure 01</b> : Section transversale et composition physique de l'olive.....	02
<b>Figure 02</b> : la structure de $\alpha$ –tocophérol.....	11
<b>Figure 03</b> : Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive.....	13
<b>Figure 04</b> : les étapes de la croissance et du développement du fruit d'olive.....	17
<b>Figure 05</b> : Teneur en huile des olives à différent stades de maturité de la variété Chemlal.....	31
<b>Figure 06</b> : Teneur en chlorophylles des huiles issues des olives à différent stades de maturité de la variété Chemlal. ....	32
<b>Figure 07</b> : Teneur en caroténoïdes totaux des huiles issues des olives à différent stades de maturité de la variété Chemlal.....	33
<b>Figure 08</b> : Teneur en polyphénols totaux des huiles issues des olives à différent stades de maturité de la variété Chemlal.....	35
<b>Figure 09</b> : Teneur en <i>ortho</i> -diphénols totaux des huiles issues des olives à différent stades de maturité de la variété Chemlal.....	36
<b>Figure 10</b> : Indice d'amertume des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>Chemlal</i> .....	37
<b>Figure 11</b> : Pouvoir antiradicalaire du radical DPPH des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>Chemlal</i> (en % d'inhibition).....	38
<b>Figure 12</b> : Activité antiradicalaire du radical DPPH des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>Chemlal</i> (en mg d'E.A.G/kg).....	38
<b>Figure 13</b> : Pouvoir antiradicalaire du radical DPPH des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>Chemlal</i> (en % d'inhibition).....	40
<b>Figure 14</b> : Activité antiradicalaire du radical DPPH des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>Chemlal</i> (en mg d'E.A.G/kg).....	40

**Figure 15** : Pouvoir antiradicalaire du radical ABTS des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal* (en% d'inhibition).....41

**Figure 16** : Activité antiradicalaire du radical ABTS des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal* (en mg d'E.T/kg).....42

**Figure 17** : pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.....43

<b>Tableau I</b> : Composition chimique de l'olive .....	03
<b>Tableau II</b> : Les différentes catégories de l'huile d'olive .....	06
<b>Tableau III</b> : Les principaux triglycérides de l'huile d'olive .....	07
<b>Tableau IV</b> : Composition en acide gras d'une huile d'olive selon les résultats d'Ollivier <i>et al.</i> (2003) et selon la norme du codex alimentarius.....	08
<b>Tableau V</b> : les différentes phases d'évolution de l'olive et leur caractéristiques.....	16
<b>Tableau VI</b> : Les caractéristiques de la variété étudiée <i>Chemlal</i> et les dates de la récolte des différents échantillons.....	21
<b>Tableau VII</b> : Indice de maturité des quatre stades d'olive de la variété <i>Chemlal</i> étudiés.....	30
<b>Tableau VIII</b> : composition des acides gras totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % des acides gras totaux).....	32
<b>Tableau IX</b> : Temps d'induction (heures) des huiles issues des olives à différent stade de maturité de la variété <i>Chemlal</i> .....	44



# Sommaire

---

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

<b><i>Introduction</i></b> .....	01
----------------------------------	----

---

---

## ***Synthèse bibliographique***

---

---

### **Chapitre I : De l'olive à l'huile d'olive**

#### I.1 Olive

I.1.1 Définition .....	02
------------------------	----

I.1.2 La composition chimique de l'olive .....	02
--	----

I.1.3 Les principales variétés d'olive en Algérie .....	03
---	----

I.2 Technologie d'élaboration l'huile .....	03
---	----

I.2.1 Récolte, transport et stockage des olives .....	04
---	----

I.2.2 Effeillage et lavage .....	04
----------------------------------	----

I.2.3 Broyage .....	04
---------------------	----

I.2.4 Malaxage .....	05
----------------------	----

I.2.5 Extraction .....	05
------------------------	----

I.3 Huile d'olive .....	05
-------------------------	----

I.3.1 Définition .....	06
------------------------	----

I.3.2 Les catégories de l'huile .....	06
---------------------------------------	----

### **Chapitre II : Composition et activité antioxydante de**

#### **l'huile d'olive**

II.1 Composition chimique de l'huile d'olive .....	07
--	----

# Sommaire

---

II.1.1 Fraction saponifiable.....	07
II.1.1.1 Triglycérides .....	07
II.1.1.2 Acides gras .....	08
II.1.2 Fraction insaponifiable.....	08
II.1.2.1 Les stérols.....	09
II.1.2.2 Les composés aromatiques.....	09
II.1.2.3 Les chlorophylles.....	09
II.1.2.4 Les antioxydants.....	10
II.1.2.4.1 Tocophérols (vitamine E).....	10
II.1.2.4.2 Les caroténoïdes.....	11
II.1.2.4.3 Les composés phénoliques.....	11
II.2 L'activité antioxydante de l'huile d'olive.....	12
II.2.1 Méthode d'évaluation de l'activité antioxydante.....	14
II.2.1.1 Test évaluant l'effet « scavenger » sur les radicaux libres.....	14
II.2.1.2 Test de Rancimat.....	14
II.2.1.3 Pouvoir réducteur.....	14
II.3 Bienfaits de l'huile d'olive.....	15

## **Chapitre III : Influence de la maturation des olives sur les antioxydants de l'huile d'olive**

III.1 Processus de maturation.....	16
III.1.1 Evolution du poids des fruits.....	16
III.1.2 Effet de la maturation des olives sur les triglycérides.....	17
III.1.3 Effet de la maturation des olives sur la composition en acides gras.....	17
III.1.4 Effet de la maturation des olives sur les stérols.....	18
III.1.5 Effet de la maturation des olives sur la composition en chlorophylle.....	18
III.1.6 Effet de la maturation des olives sur la composition en antioxydants de l'huile...18	

# Sommaire

---

III.1.6.1 Les caroténoïdes.....	18
III.1.6.2 Les tocophérol.....	18
III.1.6.3 Les composés phénoliques.....	19
III.2 Effet de la maturation des olives sur la stabilité oxydative.....	19
III.3 Facteurs influençant le processus de maturation.....	19
II.3.1 Effet des ravageurs.....	19
III.3.2 Effet des pratiques culturales.....	20
III.3.3 Effet des conditions climatiques.....	20
III.3.4 Effet de la variété.....	20

---

## *Partie expérimentale*

---

### **Chapitre I : Matériel et méthode**

I.1 Matériel végétal.....	21
I.2 Extraction de l'huile.....	21
I.3 Détermination de l'indice de maturité .....	22
I.4 Détermination de la teneur en huile des olives.....	22
I.5 Détermination de la composition en acides gras.....	22
I.6 Dosage des pigments (chlorophylles et caroténoïdes).....	23
I.7 Extraction et dosage des composés phénoliques.....	24
I.8 Dosage des <i>ortho</i> -diphénols.....	25
I.9 Détermination d'indice d'amertume.....	25
I.10 Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olives.....	25
I.10.1 Activité antiradicalaire du radical DPPH.....	25
I.10.1.1 Activité scavenger au radical DPPH de l'huile .....	26

# Sommaire

---

I.10.1.2	Activité scavenger au radical DPPH des extraits méthanolique.....	26
I.10.2	Activité scavenger au radical ABTS <sup>+</sup> des extraits méthanolique.....	26
I.10.3	Pouvoir réducteur .....	27
I.10.4	Test de Rancimat.....	28
I.11	Etude statistique.....	28

## Chapitre II : Résultats et discussion

II.1	Indice de maturité.....	30
II.2	Teneur en huile des olives .....	30
II.3	Composition en acide gras .....	31
II.4	Chlorophylles.....	32
II.5	Les antioxydants.....	33
II.5.1	Caroténoïdes.....	33
II.5.2	Les composés phénoliques totaux.....	34
II.5.3	Les <i>ortho</i> -diphénols .....	36
II.6	Indice d'amertume.....	36
II.7	Les activités antioxydantes.....	37
II.7.1	Activité antiradicalaire du radicale DPPH .....	37
II.7.1.1	Activité scavenger de l'huile.....	37
II.7.1.2	Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques.....	39
II.7.2	Activité scavenger du radicale ABTS <sup>+</sup> .....	41
II.7.3	Pouvoir réducteur .....	42
II.7.4	Test de Rancimat .....	43
	<b>Conclusion</b> .....	45

---

---

## Références bibliographiques

## Annexes

# **Introduction**

## Introduction

L'olivier (*Olea europaea L.*), arbre typique des régions sèches et chaudes, constitue une composante familière des pays du bassin méditerranéen et représente pour beaucoup d'entre eux une des principales cultures traditionnelles, qui occupe 98% des oliviers cultivés dans le monde (Karleskind *et al.*, 1992 ; Mraicha *et al.*, 2010).

L'huile d'olive est un produit très polyvalent, le consommateur est attiré par cet aliment important, non seulement, pour des raisons organoleptiques (il s'agit d'un aliment riche en arômes et en saveurs), mais également pour des raisons de santé (aspects nutritionnels et diététiques). C'est pourquoi l'objectif des oléiculteurs est de produire une huile d'olive caractérisée par une qualité de plus en plus élevée. (Mordret *et al.*, 1997).

Le rôle protecteur de l'huile d'olive vierge est dû à sa composition spécifique comprenant une proportion élevée en acides gras mono-insaturés (acide oléique 65 à 80%), une présence équilibrée en acides gras polyinsaturés et des composants mineurs tels que les antioxydants (composés phénoliques, tocophérols et caroténoïdes) jouant le rôle de capteurs des radicaux libres (Jacotot 1996 ; Baiano *et al.*, 2009).

La qualité et la composition de l'huile d'olive se trouvent très influencées par plusieurs facteurs et par leurs interactions, à savoir : la variété, la région de provenance de l'olive, les techniques culturales, l'époque de récolte, stockage des olives et les procédés d'extraction. La maturation des olives est un facteur important affectant dans une large mesure la composition chimique en antioxydant et l'activité antioxydante de l'huile (Bechir *et al.*, 2007).

Afin de mieux situer le contexte dans lequel s'inscrit cette étude, une synthèse bibliographique est présentée sur l'olive et sa transformation en huile, la composition et l'activité antioxydante de l'huile ainsi que l'influence de la maturation. La deuxième partie qui est l'étude expérimentale est réservée en premier temps à la présentation de l'ensemble des méthodes analytiques utilisées pour la détermination des teneurs en antioxydants (caroténoïdes, polyphénols et *ortho*-diphénols) et l'activité antioxydante des échantillons d'huile et de leurs extraits méthanoliques de la variété de *Chemlal* à 4 stades de maturation. En dernier temps, une partie est consacrée à la présentation des résultats obtenus et leur discussion.

# **Synthèse bibliographique**

# **Chapitre I**

## **De l'olive à l'huile d'olive**

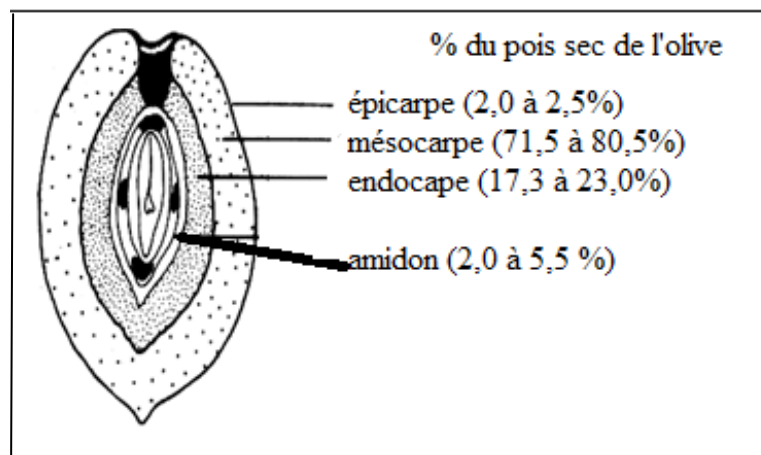


## Chapitre I : De l'olive à l'huile d'olive

### I.1 L'olive

#### I.1.1 Définition

L'olive est une drupe de forme ovale constituée d'un péricarpe (épicarpe et mésocarpe) et d'un endocarpe (noyau) (Ghanbari *et al.*, 2012) . Elle pèse de 2 à 12g (Ghanam et Benlemlih, 2012), dont l'épicarpe mince et lisse passe progressivement du vert au pourpre noirâtre au cours de la maturation. Cet épicarpe recouvre un mésocarpe charnu et huileux entourant lui-même un noyau dur à endocarpe sclérifié. (Danielle et Odile, 2007). La structure de l'olive est représentée dans la Figure (01).



**Figure 01** : Section transversale et composition physique de l'olive (Sansoucy, 1984).

#### I.1.2 Composition chimique de l'olive

Les composés chimiques se répartissent différemment dans les trois parties de l'olive .Ce fruit renferme de nombreux constituants en particulier des lipides qui lui donnent son fort pouvoir énergétique (Roehly, 2000). La composition de l'olive est représentée dans le tableau suivant :

**Tableau I :** Composition chimique de l'olive (Ryan et Robards, 1998).

Constituants	Mésocarpe (%)	Endocarpe (%)	Epicarpe (%)
Eau	50-60	9.3	30.0
Huile	15-30	0.7	27.3
Matière azotée	2-5	3.4	10.2
Glucide	3-75	41.0	26.6
Cellulose	3-6	38.0	1.9
Cendre	1-2	4.1	1.5
Composés phénoliques	2-2.5	0.1	0.5-1.0
Autres	/	3.4	2.4

### I.1.3 Principales variétés d'olive en Algérie

Il existe 32 variétés en Algérie, les plus importantes selon Mendel et Sebai (2006) sont:

- ❖ **Chemlal** : c'est la variété la plus répandue en Algérie, elle représente 90% des vergers oléicoles de la Kabylie et 40 % de l'olivieraie algérienne, c'est une variété dont l'huile est excellente avec un rendement de 18 à 22 %.
- ❖ **Sigoise** : cette variété est surtout cultivée dans l'ouest du pays; elle occupe 25 % de verger oléicole algérien, elle a une teneur en huile comprise entre 18 à 22 % avec une qualité très appréciée par le consommateur.
- ❖ **Azeradj** : cette variété représente 5 % des oliveries cultivées, elle est localisée en basse vallée de la Soummam et la région de Saddouk; la teneur en huile est de 15 %.
- ❖ **Limli** : cette variété est localisée dans les versants montagneux de basse vallée de la soummam, c'est une variété assez précoce elle constitue 2 à 3 % des oliveraies algériennes, sa teneur en huile est de 15 à 18 %.
- ❖ **Rougette (Hamra)** : variété à l'huile répandue et appréciée pour sa rusticité et sa précocité. Cultivée en Nord constantinois, sa teneur en huile est de 18 à 22 %.

## I.2 Technologie d'élaboration de l'huile

Les olives destinées à être triturées doivent faire l'objet d'un traitement approprié depuis la récolte et sont toujours soumises à une préparation préliminaire

(nettoyage, lavage, effeuillage, etc.) en vue des traitements ultérieurs. Ces opérations de préparations varient selon la nature des olives et l'outil technologique de transformation utilisé (Ouaouich et Chimi, 2007).

### **I.2.1 Récolte, transport et stockage des olives**

La cueillette peut s'effectuer à la main. C'est l'opération qui convient le mieux pour obtenir la meilleure qualité de l'huile vierge car les olives sont cueillies sélectivement selon leur degré de maturité. (COI, 2006 ; Ouaouich et Chimi, 2007).

Le moyen le plus approprié pour le transport des olives est représenté par des caisses à claire voie en matière plastique permettant la circulation de l'air et évitant des réchauffements préjudiciables causés par l'activité catabolique des fruits. Ces caisses, limitent la couche d'olives et réduisent donc le risque d'écrasement, tout en représentant un moyen idéal pour le stockage en attendant la mouture (Ouaouich et Chimi, 2007).

La durée de stockage des olives avant transformation doit être aussi réduite que possible, car un stockage prolongé représente une cause principale de détérioration de la qualité de l'huile (COI, 2006).

### **I.2.2 Effeuilage et lavage**

L'effeuillage est effectué au moyen d'équipements munis d'un flux d'air permettant l'élimination des feuilles, brindilles et autres matières végétales comme des matières minérales : terre, poussière, cailloux et pierres.

Le lavage des olives s'effectue au moyen d'une circulation forcée d'eau potable et propre (COI, 2006).

### **I.2.3 Broyage**

Le broyage constitue la première phase de l'extraction proprement dite. Les olives sont soumises à une action mécanique en vue de rompre la structure végétale de l'olive et de libérer les gouttelettes d'huile des vacuoles (COI, 2006). Selon la norme du Conseil Oléicole International (COI), la durée de broyage ne doit pas dépasser 20 à 30 minutes ; si le broyage est plus prolongé, les polyphénols inhibiteurs naturels de l'oxydation ainsi que l'huile produite s'oxydent en présence de l'air et cette dernière perd de sa qualité.

### **I.2.4 Malaxage**

Le malaxage est appliqué à la pâte jusqu'à l'obtention d'une pâte onctueuse de bonne régularité et homogénéité à fin de séparer les trois phases : solide, liquide et aqueuse (COI, 2006 ; Benabid, 2009).

### **I.2.5 Extraction**

L'élaboration de l'huile d'olive comprend une série de processus mécanique et/ou physique dont le but de séparer la phase huileuse des autres phases présentes dans la masse d'olive triturées (Mendoza, 1999).

#### **a. Séparation des phases liquide et solide**

Selon Chimi. (2006), les systèmes d'extraction de l'huile d'olive sont essentiellement de trois types :

- 1) Systèmes d'extraction par pression : sont classées selon la pression exercée, permet de conserver dans l'huile de nombreux composants présents dans le fruit (Jacotot, 1996).
- 2) Système d'extraction avec centrifugation à trois phases : avec deux centrifugations, la première pour séparer les grignons et les huiles plus margines et la deuxième pour séparer les huiles et les margines (Chimi, 2006).
- 3) Système d'extraction avec centrifugation à deux phases : avec une centrifugation permettant de séparer l'huile et les grignons humidifiés par les eaux de végétation provenant de l'olive (Chimi, 2006).

#### **b. Séparation des deux phases liquides**

Les différences de densités et de miscibilité des composants du jus de l'olive: huile, eau, fragments de matières solides permettent leur séparation dans les bacs à décantation ou par centrifugation, en utilisant un équipement appelé séparateur centrifuge vertical (COI, 2006).

## **I.3 Huile d'olive**

L'huile d'olive, aliment de base des populations vivant sur le pourtour du bassin méditerranéen, joue un rôle prédominant dans le domaine des produits de terroir, à mesure que des études complémentaires viennent confirmer les avantages pour la santé (Boskou, 2012).

### I.3.1 Définition

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2011).

### I.3.2 Catégories de l'huile d'olive

Les huiles d'olive peuvent être répertoriées en diverses catégories, selon les caractéristiques des huiles. Les quatre catégories de l'huile d'olive sont rassemblées dans le tableau II.

**Tableau II:** Les différentes catégories de l'huile d'olive (COI, 2011).

Catégories	Acidité (%)	Indice de peroxyde (mEq O <sub>2</sub> /Kg)	Absorbance dans l'UV			Caractéristiques organoleptiques	
			270 nm	$\Delta k$	232 nm	Médiane par défaut	Médiane du fruité
Huile d'olive vierge extra	$\leq 0,8$	$\leq 20$	$\leq 0,22$	$\leq 0,01$	$\leq 2,50$	Me = 0	Me > 0
Huile d'olive vierge	$\leq 2,0$	$\leq 20$	$\leq 0,25$	$\leq 0,01$	$\leq 2,60$	$0 < \text{Me} \leq 3,5$	Me > 0
Huile d'olive vierge courante	$\leq 3,3$	$\leq 20$	$\leq 0,30$	$\leq 0,01$	–	$3,5 < \text{Me} \leq 6,0$	–
Huile d'olive vierge lampante	$> 3,3$	Nom limité	–	–	–	Me > 6,0	–

## **Chapitre II**

# **Composition et activité antioxydante de l'huile d'olive**

## **Chapitre II : Composition et activité antioxydante de l'huile d'olive**

### **II.1 Composition chimique de l'huile d'olive**

La composition chimique de l'huile d'olive (*Olea europaea L.*) dépend largement de la variété du fruit, des conditions agronomiques, du degré de maturité, des procédés d'extraction et des conditions de stockage (Cichelli et Pertesana, 2004).

Comme toutes les huiles végétales obtenues par pression, l'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable constituée de triglycérides et d'une fraction insaponifiable constituée principalement de composants mineurs (Jacotot et Richard, 1989).

#### **II .1.1 Fraction saponifiable**

La quasi-totalité de la composition de l'huile est représentée par la fraction saponifiable, environ de 98% (Ruiz *et al.*, 1999). Elle constitue environ 98 –99% du poids d'huile et se compose principalement des triglycérides (José *et al.*, 2006).

##### **II.1.1.1 Triglycérides**

Les triglycérides, appelés aussi "graisses neutres", sont composés d'une molécule de glycérol dont les trois fonctions alcool sont estérifiées par trois acides gras semblables ou différents (Hamia, 2007), sont les majoritaires de l'huile d'olive (95,4 %), les di glycérides ne représentent qu'environ 1-2 % (Zarrouk *et al.*, 1996).

Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau III.

**Tableau III** : Les principaux triglycérides de l'huile d'olive (Ryan *et al.* 1998).

<b>Nature</b>	<b>% des glycérides</b>
OOO	40 – 60
POO	10 – 20
OOL	10 – 20
POL	5 – 7
SOO	5 – 7

**O** : Acide oléique

**L**: Acide linoléique

**P**: Acide palmitique

**S**: Acide stéarique

### II.1.1.2 Acides gras

La composition de l'huile d'olive révèle une nette prédominance de l'acide oléique (C18 :1), un faible pourcentage d'acides gras saturés et un pourcentage acceptable d'acides gras polyinsaturés (Sekour, 2012).

La composition en acide gras de l'huile d'olive joue un rôle important pour sa qualité nutritionnelle et organoleptique. Divers facteurs, tels que le degré de maturité des olives, le climat, la variété ont une incidence sur le profil de composition en acides gras de l'huile (Tanouti *et al.*, 2011). Les principaux acides gras de l'huile d'olive vierge sont représentés dans le tableau ci-dessous.

**Tableau IV :** Composition en acide gras d'une huile d'olive vierge selon les résultats d'Ollivier *et al.* (2003) et selon la norme du codex alimentarius.

Acide gras	Formule brute	Ollivier <i>et al.</i> , 2003. (%)	Codex alimentarius (%)
Acide myristique	C14 :0	trace	<0,1
Acide palmitique	C16 :0	7,5-15,6	7,5-20
Acide sapiénique	C16 :1n-9	0,1-0,2	} 0,3-3,5
Acide palmitoléique	C16 :1n-7	0,3-3,5	
Acide margarique	C17 :0	<0,3	<0,5
Acide margaroléique	C17 :1n-8	<0,5	<0,6
Acide stéarique	C18 :0	1,4-3,4	0,5-5
Acide oléique	C18 :1n-9	60,9-82,1	55-83
Acide vaccénique	C18 :1n-7	0,7-3,6	-
Acide linoléique	C18 :2n-9	4,5-16,1	3,5-21
Acide $\alpha$ -linoléique	C18 :3n-3	0,4-1,2	<1 ,5
Acide arachidonique	C20 :0	0,3-0,5	<0,8
Acide gadoléique	C20 :1n-9	0,2-0,5	-
Acide béhénique	C22 :0	<0,2	<0,2
Acide lignocérique	C24 :0	<0,1	<1

### II.1.2 Fraction insaponifiable

Les composants mineurs de l'huile d'olive représentent environ 2 % du poids d'huile et incluent plus que 230 composés chimiques (hydrocarbures, béta- carotène, tocophérols, esters, aldéhydes, cétones, alcool aliphatiques, alcool terpéniques, stérols, polyphénols.....ect) (José *et al.*, 2006). Ces composés jouent un grand rôle dans l'arôme de l'huile d'olive vierge (Berra, 1998).



### II.1.2.1 Stérols

La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive vierge extra varie, selon les équipes de chercheurs, de 113 à 265 mg/100 g. Parmi les facteurs, qui influent sur cette teneur, figurent la variété des olives et leur degré de maturité (Granier, 2006). Les teneurs en stérols varient également en fonction de l'origine géographique (Ben Temime *et al.*, 2008).

Dans l'huile d'olive, le principal stérol, est le  $\beta$ -sitostérol, qui représente jusqu'à 90-95 % du total. Le campésterol et le stigmastérol comptent respectivement pour 3 % et 1 % du total (Granier, 2006).

### II.1.2.2 Composés aromatiques

L'arôme délicat des huiles d'olive est attribué aux composés volatils qui se développent pendant et après l'extraction d'huile à partir du fruit. Les composés volatils sont les composés à faible poids moléculaire (Moins de 300 Da) qui se vaporisent à la température ambiante. (Kalua *et al.*, 2007).

Ces composés volatiles sont majoritairement des produits de l'oxydation des acides gras. Plus de 70 molécules composent la fraction volatile des huiles d'olive. Elles sont réparties en aldéhydes, alcools, esters, hydrocarbures et cétones. Parmi eux on trouve l'hexanal, le trans-2-hexenal, l'hexan-1-ol et le 3-méthylbutan-1-ol (Sébastien, 2010).

### II.1.2.3 Chlorophylles

La présence des chlorophylles dans l'huile d'olive fraîche oscille entre 1 et 20 ppm, dont 40 à 80 % sont des pheophytines (Ryan *et al.*, 1998).

Les chlorophylles *a* et *b* et leurs produits de dégradation (pheophytines *a* et *b*), présents dans l'huile d'olive sont doués d'un pouvoir photosensibilisateur qui se traduit par la transformation de l'oxygène atmosphérique en oxygène singulet très réactif. Ce dernier réagit directement sur les acides gras insaturés de l'huile en donnant des hydroperoxydes très instables qui peuvent se décomposer pour donner des composés volatils à faible poids moléculaire qui sont à l'origine du rancissement de l'huile d'olive vierge (Ben Tekaya et Hassouna, 2007).

### II.1.2.4 Antioxydants

L'oxydation est un mécanisme qui se produit non seulement au cours de l'élaboration des huiles mais également à l'intérieur de l'organisme humain. Des réactions qui provoquent la formation des radicaux libres (agents peroxydant) (COI, 2011).

La plupart des substances alimentaires issues des plantes contiennent des inhibiteurs naturels de l'oxydation ; antioxydants (Graille, 2003). Ces derniers sont des substances qui permettent de prévenir et neutraliser les réactions en chaînes déclenchées par les radicaux libres, et réparer les dégâts occasionnés en s'attaquant aux lipides, aux protéines et à l'ADN (Ginesi *et al.*, 2002).

L'huile d'olive en particulier l'huile d'olive extra vierge est une des huiles végétale qui résistante à l'oxydation (Birch et Jansen, 2009). Les agents antioxydants sont la vitamine E ( $\alpha$ -tocophérol), les caroténoïdes et les composés phénoliques (les phénols simples comme l'hydroxytyrosol et les phénols complexes comme l'oleuropéine (Owen *et al.*, 2000 ; Candan *et al.*, 2003 ; COI, 2011).

#### II.1.2.4.1 Tocophérols (vitamine E)

Les tocophérols connus sous le nom de provitamine. Sont des composés importants de l'huile d'olive en raison de leurs contributions à la qualité nutritionnelle et aux propriétés antioxydantes de l'huile (Douzan et Bellal, 2005 ; Baccouri *et al.*, 2006 ; Abdalla *et al.*, 2008).

Les tocophérols se trouvent souvent sous forme libre dans l'huile d'olive, ils exercent une activité antioxydante par rupture de la chaîne radicalaire lors de l'étape de la propagation de l'oxydation lipidique, comme ils peuvent prévenir l'action de l'oxygène singulet, initiateur de la peroxydation des lipides (Ben Tekaya et Hassouna, 2007).

La concentration de tocophérols dans l'huile oscille entre 5 et 300 ppm. Elle est en général supérieure à 100 ppm dans les huiles de bonne qualité. Il existe quatre types de tocophérols dans l'huile d'olive vierge :  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\delta$  et  $\gamma$ , l' $\alpha$ - tocophérol représente environ 95% du total. Dans l'huile d'olive les tocophérols se trouvent sous forme libre non estérifiée (Blekas *et al.*, 1995 ; Ryan *et al.*, 1998). La structure ci-dessous représente la structure des tocophérols.

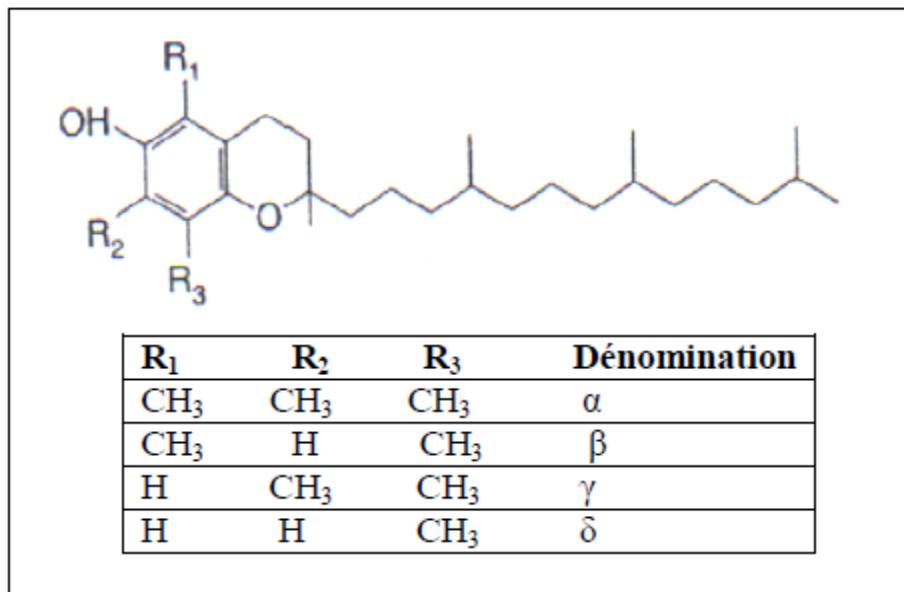


Figure 02 : Les structures des tocophérols (Granier, 2006)

#### II.1.2.4.2 Caroténoïdes

L'huile d'olive contient de 10 à 300 mg/kg, dont les principaux sont : la lutéine, le β-carotène (provitamine A) et les xanthophylles (Ryan *et al.*, 1998). Ces caroténoïdes peuvent retarder la photooxydation de l'huile d'olive en désactivant l'oxygène singulier (Kiritsakis et Osman, 1995).

Les plus importants sont, β-carotène et la lutéine responsable de la couleur de l'huile d'olive (Ramirez- Tortosa *et al.*, 2006 ; Viola et Viola, 2009).

Les caroténoïdes et en particulier le β-carotène sont des antioxydants efficaces, cela est dû à leur habilité à altérer l'espèce oxygénée radicalaire (Morello *et al.*, 2004) et minimise l'oxydation des lipides (Maestri et Torres., 2006).

#### II.1.2.4.3 Composés phénoliques

Les composés phénoliques sont des produits naturels présents dans le régime méditerranéen qui inclut l'olive de table et l'huile d'olive. Ce sont des métabolites secondaires jouant un rôle essentiel dans la résistance aux maladies (Silva *et al.*, 2006).

Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction. Les *ortho*-diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine), présents dans l'huile d'olive sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation. Ils lui

confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, ainsi qu'une saveur amère et une sensation de piquant (Boskou *et al.*, 2006 ; Tanouti *et al.*, 2011).

L'huile d'olive vierge a une résistance élevée à la détérioration oxydative due à la présence d'un groupe d'antioxydants phénoliques composé principalement de polyphénols (Cerretan *et al.*, 2005), c'est la seule huile végétale qui contient des quantités appréciables de substances phénoliques naturelles (Hamdi *et al.*, 1999 ; Rodriguez-Méndez *et al.*, 2008).

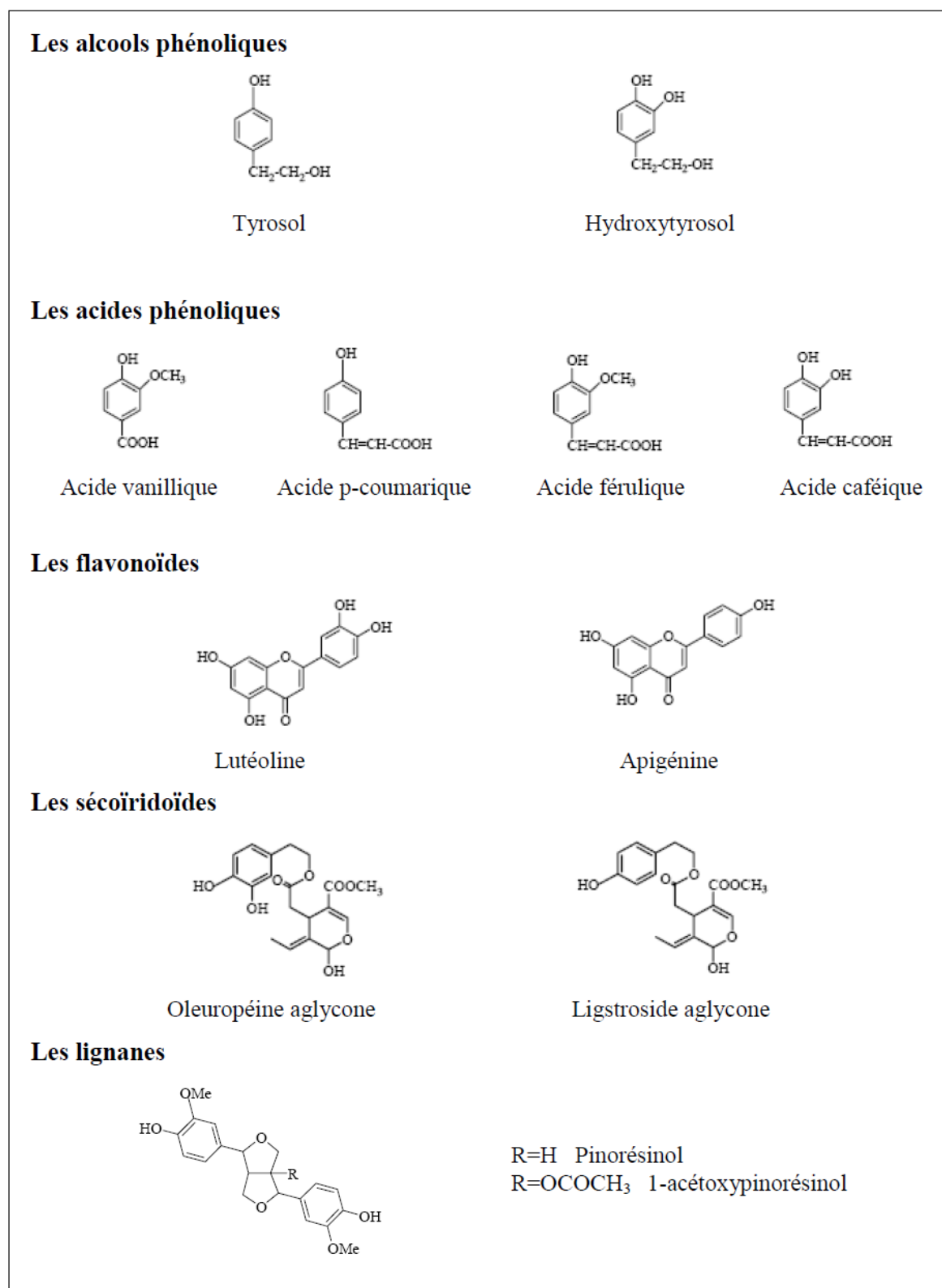
La concentration et la composition des composés phénoliques dans l'huile d'olive vierge sont fortement affectés par plusieurs facteurs agronomique et technologique, tels que le cultivar, la région, le climat, le degré de maturation (Zarrouk *et al.*, 2009 ; Hédia *et al.*, 2012), système d'extraction, et conditions du traitement et le stockage de l'huile (Boskou *et al.*, 2006 ; Tanouti *et al.* ; Youssef *et al.*, 2011 ).

Les composés phénoliques de l'huile d'olive vierge sont principalement aglycones et d'autres dérivés de sécoiridoïdes, tel que, l'oleuropéine et le ligstroside qui ont un effet antioxydant d'une part (Sinesio *et al.*, 2009), et d'autre part responsable de la résistance contre photooxydation (Zarrouk *et al.*, 2009). Les sécoiridoïdes sont des composés principaux responsables de la durée de conservation d'huiles d'olive vierges (Sinesio *et al.*, 2009).

## II.2 Activité antioxydante de l'huile d'olive

L'activité antioxydante d'un composé correspond à sa capacité à résister à l'oxydation. Les antioxydants les plus connus sont le  $\beta$ -carotène, les tocophérols ainsi que les composés phénoliques. (Saykova *et al.*, 2009). L'huile d'olive vierge, qui n'a subi ni raffinage ni traitement industriel, est particulièrement riche en ces substances ; elle a alors une forte action antioxydante et un effet protecteur contre les lésions des cellules par les radicaux libres (activité scavenger) et contre la formation de cancers (COI, 2011).

En effet, la plupart des antioxydants de synthèse ou d'origine naturelle possèdent des groupes hydroxyphénoliques dans leurs structures et les propriétés antioxydantes sont attribuées en partie, à la capacité de ces composés naturels à piéger les radicaux libres tels que les radicaux hydroxyles ( $\text{OH}\cdot$ ) et superoxydes ( $\text{O}_2\cdot$ ) (Saykova *et al.*, 2009).



**Figure 03:** Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Ollivier *et al.*, 2004).

## II.2.1 Méthode d'évaluation de l'activité antioxydante

Vue la complexité du processus d'oxydation des lipides, plusieurs méthodes sont utilisées pour évaluer le pouvoir antioxydant de l'huile (Samaniago-Sánchez *et al.*, 2007).

### II.2.1.1 Test évaluant l'effet « scavenger » sur les radicaux libres

Il y a un grand nombre de méthodes pour la détermination de la capacité antioxydante des aliments basées sur différents principes. Certains tests employés pour mesurer l'aptitude des antioxydants à exercer un effet « scavenger » sur les radicaux libres sont décrits ci-dessous :

- ✓ Test ABTS : en réagissant avec le persulfate de potassium ( $K_2S_2O_8$ ), l'ABTS (Acide 2,2'-azino-bis (3 éthylbenz-thiazoline-6-sulfanique)) forme le radical  $ABTS^+$ , de couleur bleu à vert. L'ajout d'antioxydants va réduire ce radical et provoque la décoloration du mélange (Rolland, 2004 ; De Marco *et al.*, 2007 ; Samaniago-Sánchez *et al.*, 2007 ; Gökhan, 2012)
- ✓ Test DPPH : Cette méthode est simple, rapide et précise. C'est la méthode la plus utilisée pour la détermination de l'activité antioxydante de l'huile (Molyneux, 2004 ; Minioti et Georgiou, 2008).

### II.2.1.2 Test de Rancimat

La mesure de la stabilité de l'huile est généralement réalisée par des tests d'oxydation accélérée (Baccouri *et al.*, 2008 ; Allalout *et al.*, 2009). Ce test est très utilisé pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. Le principe correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif. Le temps est déterminé par conductimètre (Rolland, 2004 ; Rahmani, 2007).

### II.2.1.3 Pouvoir réducteur

Ce pouvoir mesure la capacité d'un antioxydant à réduire le fer ferrique  $Fe^{3+}$  ( $FeCl_3$ ) en fer ferreux  $Fe^{2+}$  ( $FeCl_2$ ) en présence d'un agent chromogène ; ferricyanure de potassium  $K_3[Fe(CN)_6]$ . Ceci se traduit par le virage de la couleur jaune de ferricyanure de potassium vers une couleur bleu verte dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de l'antioxydant (Chou *et al.*, 2003).

### **II.3 Bienfaits de l'huile d'olive**

L'huile d'olive vierge est intrinsèquement une des huiles les plus stables parmi les huiles végétales grâce à sa composition riche en acide oléique et la présence de différents types de molécules à propriété antioxydante telles que les composés phénoliques et les tocophérols (vitamine E). L'huile d'olive est riche en acide gras monoinsaturé responsable des bienfaits cardiovasculaires, elle diminue la sécrétion acide de l'estomac et l'acide oléique permet aussi d'améliorer l'absorption du calcium et de la vitamine D par l'organisme (Charbonnier,1996).

Des études épidémiologiques démontrent aussi que le régime méditerranéen, riche en huile d'olive, est associé à une diminution des valeurs de la pression artérielle (Costa *et al.*, 2002).

**Chapitre III**  
**Influence de la maturation des olive sur la composition de l'huile**



## **Chapitre III : Influence de la maturation des olives sur la composition de l'huile**

La qualité de l'huile d'olive est influencée par plusieurs facteurs parmi lesquels on cite le cultivar et le degré de maturité des olives. De nombreux processus de transformation chimiques et de synthèse des substances organiques ont lieu au cours de la maturation des olives (Matos *et al.*, 2007a).

### **III.1 Processus de maturation**

Le processus de maturation peut être apprécié visuellement sur les variétés d'olivier au fur et à mesure de leur changement de couleur. Le péricarpe passe normalement du vert foncé au violacé puis au noir. La couleur et la texture du mésocarpe changent également durant ces étapes, tout comme la couleur et les caractéristiques sensorielles de l'huile (COI, 2011).

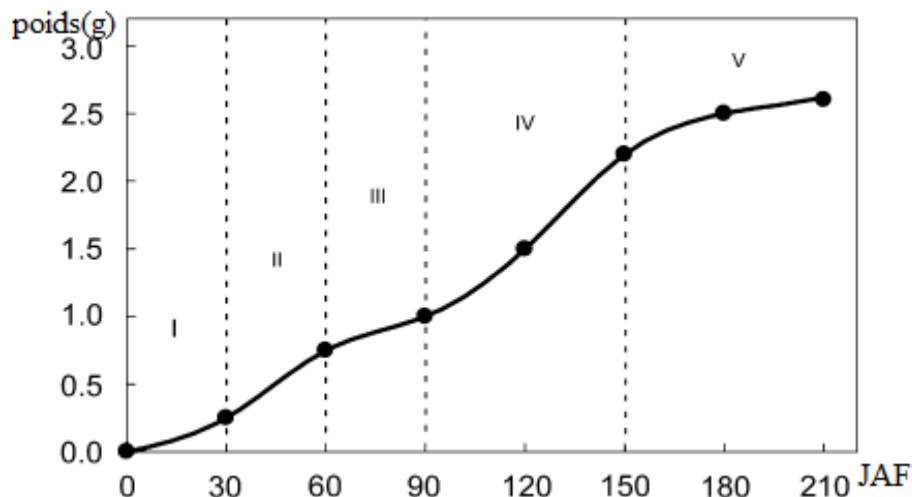
#### **III.1.1 Evolution du poids des fruits**

La croissance et le développement des olives durent 4 à 5 mois, une combinaison biochimique et physiologique se produit. Selon Conde *et al.* (2008), cinq phases principales observées au cours de l'évolution de l'olive qui sont présentées dans le tableau suivant.

**Tableau V**: les différentes phases d'évolution de l'olive et leurs caractéristiques.

Phase	Caractéristiques de l'olive
Phase I	division rapide de cellule favorisant la croissance de l'embryon
Phase II	croissance et développement de l'endocarpe, avec peu de chair (mésocarpe).
Phase III	durcissement du fruit, les cellules cessent de se diviser et deviennent sclérifié.
Phase IV	développement du mésocarpe, et accumulation intense d'huile.
Phase V	Changement rapide de la texture de fruit.

La figure ci-dessous présente la croissance et les étapes de développement du fruit d'olive ; leur Poids (g) en fonction de JAF (jours après la fleuraison).



**Figure 04** : les étapes de la croissance et du développement du fruit d'olive (Conde *et al.*, 2008).

### III.1.2 Effet de la maturation des olives sur les triglycérides

L'évolution des triacylglycérols au cours de la maturation des olives est de la même manière que celle des acides gras (Salas *et al.*, 2000).

D'après Baccouri *et al.* (2008) les phénomènes de formation des triglycérides font apparaître un glissement en faveur des chaînes à 18 atomes de carbone et à instauration différente : remplacement préférentiel de l'acide palmitique par l'acide linoléique (OPP et OOP vers OLL et OOL).

### III.1.3 Effet de la maturation des olives sur la composition en acides gras

La composition en acides gras est un aspect essentiel de l'évaluation qualitative de l'huile d'olive, il est utilisé comme un paramètre pour la classification des huiles d'olives (Baccouri *et al.*, 2007).

Durant la maturation des olives, l'huile devient moins stable, cela est dû à une augmentation des acides gras polyinsaturés et d'une diminution des polyphénols totaux (Morello *et al.*, 2004 ; Dag *et al.*, 2011).

Les acides palmitique, palmitoléique et linoléique diminuent (Caselli *et al.*, 1993; Gimeno *et al.*, 2002) alors que les acides arachidique et gadoléique restent constants durant tout le processus de maturation (Ait Yacine *et al.*, 2002).

### III.1.4 Effet de la maturation des olives sur les stérols

Le taux de cette famille de composants dans l'huile n'est pas stable, mais ils diminuent avec le temps (Inglese, 1994; Cunha *et al.*, 2006). Le  $\beta$ -sitostérol et le campestérol diminuent au fur et à mesure de l'avancement du processus de maturation (Bruni *et al.*, 1994).

### III.1.5 Effet de la maturation des olives sur la composition en chlorophylle

La chlorophylle et les caroténoïdes sont les pigments responsables de la couleur de l'huile d'olive, qui est considérée comme un paramètre de qualité (Beltran *et al.*, 2005). La chlorophylle se dégrade au cours de la maturation des olives et d'autres substances se forment tel que les anthocyanes responsable de la couleur violette ou pourpre du fruit (Gallardo-Guerreo *et al.*, 2002 ; Criado *et al.*, 2007)

Les teneurs en chlorophylles de l'huile vierge extra varient de 16 à 27 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 6 à 10 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 0,5 à 3 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Matos *et al.*, 2007b).

### III.1.6 Effet de la maturation des olives sur la composition en antioxydants de l'huile

Durant le processus de maturation, le poids des olives, teneur en huile, composition chimique de l'huile et les activités des enzymes changent nettement dans les fruits (Conde *et al.*, 2008 ; Dag *et al.*, 2011.).

#### III.1.6.1 Caroténoïdes

Ces composés présentent une évolution inverse, lorsque la maturation progresse, la concentration en caroténoïdes diminue progressivement. Leurs teneurs varient de 20 à 60 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 6 à 18 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 1,5 à 5 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Salvador *et al.*, 2001).

#### III.1.6.2 Tocophérols

Les teneurs de l'huile d'olive en tocophérols diminuent au cours de la maturation, d'après Matos *et al.* (2007b), leurs concentrations est de 255 mg/kg dans les huiles issue des

olives vertes, 220 mg/kg dans les huiles issue des olives tournantes et de 156 mg/kg dans les huile issue des olives noires.

### III.1.6.3 Composés phénoliques

La teneur de l'huile d'olive en composés phénoliques diminue au cours de la maturation, les *ortho*-diphénols peuvent être identifié comme la source principale de l'ensemble de l'activité antioxydante des huiles d'olive extra-vierge, (Baccouri *et al.*, 2007). Les concentrations en polyphénols varient de 400 à 600 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes et de 200 à 400 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Cerretani *et al.*, 2004).

La concentration en oleuropéine (le polyphénol principal trouvé dans huile d'olive) diminue au cours de la maturation . Et sa diminution est accompagnée d'une augmentation d'hydroxytyrosol avec un maximum dans les olives noires (Tripoli *et al.*, 2005).

## III.2 Effet de la maturation des olives sur la stabilité oxydative

L'huile d'olive vierge a une bonne stabilité à l'oxydation en raison de leurs compositions en acide gras et la présence des composants non glyceridiques avec des propriétés antioxydantes (Zanetic *et al.*, 2013).

Au cours de la maturation la stabilité à l'oxydation de l'huile diminue légèrement. Cette régression est due généralement aux différentes réponses métaboliques des variétés et à la diminution de la teneur en antioxydants (polyphénols, tocophérols et caroténoïdes) au cours de la maturation (Garcia *et al.*, 1996; Panaro *et al.*, 2003; Beltran *et al.*, 2005).

## III.3 Facteurs influençant le processus de maturation

La qualité de l'huile varie en fonction du stade de maturation au moment de la cueillette des olives. En effet, la maturité est un critère variétal dont l'évolution dépend d'un ensemble de facteurs (Grati kammoun, 1999).

### III.3.1 Effet des ravageurs

L'olivier abrite une faune assez diversifiée avec notamment des espèces phytophage qui peuvent causer des dégâts, et la plus redoutable la mouche de l'olive ; *Bactrocera oleae*. Ce ravageur est à l'origine d'une chute précoce des fruits (Rahmani, 1999), entraînant le

changement des paramètres de qualité d'huile d'olive en diminuant la concentration des polyphénols et ainsi, la qualité antioxydante au cours de la maturation (Mraïcha *et al.*, 2010).

### **III.3.2 Effet des pratiques culturales**

Les études précédentes se sont concentrées sur l'effet de l'irrigation avec l'eau fraîche ou saline sur la composition de l'huile d'olive. Patumi *et al.* (2002) ont constaté que la composition de l'huile d'olive ne change pas avec l'irrigation, à l'exception des polyphénols (Bedbabisa *et al.*, 2010).

### **III.3.3 Effet des conditions climatiques**

Les travaux récents ont prouvé que des facteurs climatiques comme la température et la précipitation ont un effet sur le comportement physiologique de l'olive et, par conséquent, sur des caractéristiques chimiques de son huile (Ben Temime *et al.*, 2006).

Selon Zarrouk *et al.* (2006), les baisses de température favorisent la biosynthèse de l'acide linoléique au désavantage de l'acide oléique.

### **III.3.4 Effet de la variété**

La période de maturation est différente d'une variété à une autre, pour cette raison, des variétés caractérisées par leur maturation précoce, moyenne et tardive sont à distinguer. En effet, c'est les caractères génétiques (cultivars) qui déterminent le cycle de maturation (Sanchez Casas *et al.*, 1999).

# **Partie expérimentale**

# **Matériel et méthodes**

## Chapitre I : Matériel et méthodes

### I.1 Matériel végétal

Le matériel végétal qu'on a utilisé dans ce travail comprend la variété *Chemlal* de l'huile d'olive qui a été récolté durant la campagne 2012/2013 au niveau de l'institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne (ITAFV) TAKRIETZ commune de SOUK-OUFELLA, wilaya de BEJAIA.

Le transport des échantillons a été effectué dans des caisses en plastiques aérées. Le tableau ci-après récapitule les différentes informations relatives à nos échantillons.

**Tableau VI** : Les caractéristiques de la variété étudiée *Chemlal* et les dates de la récolte des différents échantillons.

Variété	Date de récolte	Date d'extraction	Caractéristiques
<i>Chemlal</i>	04/12/2012	04/12/2012	Fruit de faible poids, de forme allongée avec un sommet pointu et une base arrondie.
	03/01/2013	03/01/2013	
	31/01/2013	03/02/2013	
	28/02/2013	03/03/2013	

### I.2 Extraction des huiles

L'extraction de l'huile des différents échantillons d'olive est effectuée au niveau du laboratoire de la pépinière de *I.T.A.F.V* de takerietz au moyen d'un oléodoseur (Levi-Dillon-Lerogsane), selon les étapes suivantes : broyage, malaxage et centrifugations.

- le broyage est réalisé par un broyeur à marteau ;
- le malaxage est effectué en deux temps : 15 minute sans eau et 15 minute après ajout de 20 ml d'eau à 30°C pour 290 g de pates d'olives ;
- la centrifugation pendant une 1 à 3 minute de la pâte malaxée est réalisé à l'aide d'une centrifugation verticale à pâmer ayant une vitesse de 4845 tours /min ; qui sépare la phase liquide de la phase solide ;

Les échantillons d'huiles ainsi obtenus, après décantation, sont recueillis dans des flacons de verre fumé, remplis, étiquetés et conservés à une température de 4°C.



### I.3 Détermination de l'indice de maturité

La détermination de l'indice de maturité a été réalisée selon la méthode mise au point par l'Institut National des Recherches Agronomiques de Jean en Espagne en se basant sur la couleur du fruit (épiderme et pulpe). Sur cent fruits choisis au hasard sur un lot d'olive. L'indice de maturité est déterminé par notation visuelle selon une échelle de coloration de 0 à 7 variant d'une peau verte intense jusqu'à une peau noire et une pulpe entièrement violette (Tovar *et al.*, 2002).

L'indice de maturité est donné par la formule suivante :

$$\text{IM} = [(0 \cdot n_0) + (1 \cdot n_1) + (2 \cdot n_2) + (3 \cdot n_3) + (4 \cdot n_4) + (5 \cdot n_5) + (6 \cdot n_6) + (7 \cdot n_7)] / 100$$

Où n est la fréquence sur cent olives et les chiffres de 0 à 7 représentent :

0 : épiderme vert intense.

1 : épiderme vert jaunissant.

2 : épiderme vert avec des taches rougeâtres.

3 : épiderme rougeâtre à violet.

4 : épiderme noir et pulpe blanche.

5 : épiderme noir et pulpe violette sur moins de la moitié de la pulpe.

6 : épiderme noir et pulpe violette sur plus de la moitié de la pulpe.

7 : épiderme noir et pulpe entièrement violette.

### I.4 Détermination de la teneur en huile des olives

Le rendement en huile a été déterminé par extraction sur soxhlet pendant 6 heures avec de l'hexane à partir d'une pâte d'olive préalablement séchée à l'étuve (100°C pendant 4 heures)

La teneur en huile est déterminée après distillation du solvant au moyen d'un évaporateur rotatif, l'extrait lipidique est séché dans une étuve à 105°C jusqu'à l'obtention d'un poids constant (Lecop, 1965).

### I.5 Détermination de la composition en acides gras

Cette analyse a été réalisée au niveau du complexe CEVITAL spa.

Les acides gras sont analysés après transformation en esters méthyliques obtenus par

Transestérisation des triglycérides par la potasse méthanolique. Les triglycérides sont attaqués par la potasse et les acides gras libérés sont estérifiés par le méthanol.

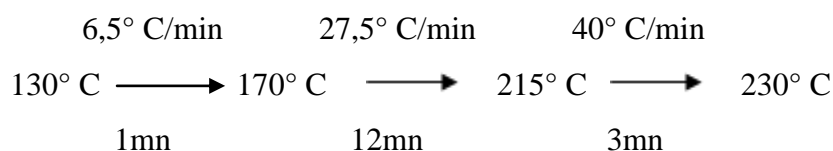
### a. Préparation des esters méthyliques

Les esters méthyliques ont été préparés selon la méthode standard préconisée par l'CE (2002), relative aux corps gras d'origine animale et végétale. Dans un ballon de 50 ml, 0,5 g d'huile ont été dilués dans 5 ml d'une solution d'hexane, 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2N) ont été rajoutés, le mélange a été agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min, 2 gouttes de surnageant ont été prélevées et mélangées avec 1 ml d'hexane.

### b. Dosage qualitatif et quantitatif par CPG

1µl des esters méthyliques est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002, dont les paramètres et les conditions opératoires de la méthode d'analyse sont résumés comme suit :

- Détecteur : FID, T = 250° C.
- Injecteur : SPLIT 1/100, T° = 250° C.
- Gaz vecteur : Azote.
- Colonne Capillaire: DB 23 de longueur 30 mm, de diamètre intérieur 0,32 mm et d'épaisseur de film 0,25µm.
- Vitesse du papier : 0,5 cm /min
- Programme de température :



Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison a des acides gras étalons.

## I.6 Dosage des pigments (chlorophylles et caroténoïdes)

Les teneurs en chlorophylles totaux des échantillons sont déterminées par la méthode suivie par (Allalout *et al.*, 2009).

7,5 g d'huile ont été dissous dans 25 ml de cyclohexane. Les teneurs en caroténoïdes et chlorophylles ont été déterminées respectivement, par la mesure de l'absorbance à 470 et 670 nm. Les teneurs en pigments ont été calculées comme suit:

$$\text{Chlorophylle (mg/kg)} = (A_{670} * 10^6) / (613 * 100 * d)$$

$$\text{Caroténoïde (mg/kg)} = (A_{470} * 10^6) / (2000 * 100 * d)$$

d : Epaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

A : Absorbance à la longueur d'onde indiquée.

613 : Coefficients d'extinction spécifique pour la pheophytins comme composant important dans chlorophylle.

2000 : Coefficient d'extinction spécifique pour la lutéine comme composant important dans la fraction des caroténoïdes.

## I.7 Extraction et dosage des composés phénoliques

Un gramme de l'huile est dissout dans 10 ml d'hexane, cette solution est introduite dans la colonne d'octadecyl C<sub>18</sub> qui retient les composés phénoliques. Les phénols sont récupérés en versant dans la colonne 10 ml du méthanol. L'extrait phénolique est recueilli dans un flacon de 10 ml (Favati *et al.*, 1994).

Les polyphénols totaux sont dosés par le suivi de leur capacité à réduire les acides Phosphotungstiques (H<sub>3</sub>PM<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) et phosphomolybdiques (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>), contenus dans le réactif de Folin-Ciocalteu en oxydes de tungstène et molybdène. Ces derniers présentent une coloration bleutée qui est proportionnelle à la quantité des polyphénols présents dans les échantillons (Singleton *et al.*, 1999).

Dans des fioles de 20 ml, sont mélangés 2 ml d'extrait phénolique, 5 ml de l'eau distillée et 0.5 ml de réactif de Foline-Ciocalteu. Après 3 min, 4 ml de solution de carbonate de sodium (10%) sont ajoutés ensuite ajuster à 20 ml avec de l'eau distillée. Après 90 min d'incubation à l'obscurité, le mélange centrifugé et l'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 765 nm.

La concentration en composés phénoliques des extraits de l'huile est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage (Annexe 01) obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard. Les concentrations en polyphénols totaux des extraits méthanolique de l'huile d'olive sont exprimées en mg d'E.A.G./kg.

## I.8 Dosage des *ortho*-diphénols

La méthode est basé sur la formation de complexes jaunes, entre les *ortho*-diphénols et les ions de molybdate, qui absorbent au voisinage de 370 nm (Olivier *et al.*, 2004).

La concentration en *orthodiphénols* des extraits méthanoliques des échantillons d'huile d'olive est déterminée suivant la méthode de Bendini *et al.* (2003).

Un volume de 4 ml est d'extrait méthanolique est additionné de 1ml de la solution de molybdate de sodium à 5% dans l'éthanol-eau (v/v), le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1 min, puis mis à l'obscurité pendant 15 min et enfin filtré. L'absorbance est mesurée à 370 nm.

Les teneurs en *orthodiphénols* des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage (Annexe 01) réalisé avec l'acide caféique comme standard. Les résultats sont exprimés en mg d'E.A.C./kg de l'huile d'olive.

## I.9 Détermination de l'indice d'amertume

L'amertume est une caractéristique sensorielle principale qui déterminer l'acceptabilité d'huile d'olive. Intensité d'amertume dans l'huile d'olive a été liée principalement à la présence de composés phénolique (Favati *et al.*, 2013).

L'indice d'amertume (K<sub>225</sub>) a été déterminé par spectrophotométrie à 225 nm selon la méthode décrite par Morello *et al.* (2004) avec des modifications.

Un échantillon d'un gramme d'huile est dissout dans 4 ml d'hexane , à un ml de ce mélange on ajoute 25 ml de méthanol et on mesure l'absorbance au spectrophotomètre à 225 nm. Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

## I.10 Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive

### I.10.1 Activité antiradicalaire du radical DPPH

L'activité antioxydante a été évaluée par la mesure du pouvoir de piégeage du radical DPPH<sup>•</sup> (LAIB, 2012).

Le diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) est un radical libre, stable et caractérisé par une couleur violette dont l'intensité est mesurée à 515 nm (Brand-Williams *et al.*, 1995 ; Kumar Chaudhury *et al.*, 2012 ). La substance antioxydante agit en transférant un électron ou un atome d'hydrogène ce qui conduit à la réduction du DPPH au cours de la réaction et à un changement de coloration jaune pale. Ce passage, de la première forme à la deuxième, est

accompagné d'une diminution de l'absorbance qui peut exprimer le pourcentage de réduction de DPPH (Molyneux, 2004).

### I.10.1.1 Activité scavenger du radical DPPH de l'huile

Un volume de 0,1 g d'huile est additionnée à 4 ml de toluène, puis mélangé au vortex. 3ml de mélange sont retirés, au reste (1,1ml) on ajoute 3,9 ml de DPPH qui a été préparée dans le toluène ( $10^{-4}$  M). Le mélange est agité au vortex pendant 10 secondes. L'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 515 nm après 60 mn d'incubation à l'obscurité (Ramadan et Moarsel, 2006).

Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH est calculé par la formule suivante.

$$\text{Le (\% d'inhibition du DPPH)} = (\text{Ac} - \text{Ae} / \text{Ac}) \cdot 100$$

Ac : absorb

Ae : absorbance d'échantillon

La quantité en antioxydants ayant une activité antiradicalaire est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage (Annexe 02) réalisé avec l'acide gallique comme standard et les résultats sont exprimés en mg d'E.A.G/kg d'huile.

### I.10.1.2 Activité scavenger du radical DPPH des extraits méthanoliques

Un volume de 1.5 ml d'extrait avec 1.5 ml de solution méthanolique de DPPH ( $10^{-4}$ M). La décoloration par rapport au témoin, contenant le DPPH et le solvant, après 60 min d'incubation à l'obscurité l'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 515 nm (Lesage-Meessen *et al.*, 2001).

L'activité antioxydante est exprimée en pourcentage d'inhibition du radical DPPH selon la formule précédente

La teneur en antioxydants à activité antiradicalaire est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage (Annexe 02) réalisé avec l'acide gallique et les résultats sont exprimés en mg d'E.A.G/kg de l'huile.

### I.10.2 Activité scavenger du radical ABTS<sup>+</sup> des extraits méthanoliques

L'un des radicaux organiques les plus utilisés généralement pour l'évaluation de l'efficacité antioxydante est le cation radical dérivé de l'acide 2,2-azinobis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonique (ABTS) (Osman *et al.*, 2006).

L'ABTS est mis en solution aqueuse avec persulfate de potassium pour générer le radicale  $ABTS^{\bullet+}$ , ce dernier est stable, coloré présente une absorbance maximale à 734 nm, une fois que le radical formé, l'antioxydant est ajouté, la diminution de la couleur bleu vert du radical cationique traduit son interaction avec un électron ou un hydrogène provenant de l'échantillon antioxydant (Marc *et al.*, 2004).

Le pouvoir antiradicalaire contre le radical cationique  $ABTS^{\bullet+}$  a été déterminé selon la méthode de (De Marco *et al.*, 2007). Une solution d'ATBS à 7 mM et 2.45 mM persulfate de potassium est préparée dans 25 ml d'eau distillé, cette solution est incubée à l'obscurité pendant 12-16 h à température de 4°C avant d'être utilisée. Cet intervalle de temps permet la formation du radical  $ABTS^{\bullet+}$ . La solution concentrée d'ABTS a été diluée avec de l'éthanol pour avoir une solution d'absorbance finale de  $0.70 \pm 0.10$  à 734 nm.

Un volume de 100  $\mu$ l d'extrait est additionné à un volume de 1000  $\mu$ l  $ABTS^{\bullet+}$ . La décoloration par rapport à un blanc ou 100  $\mu$ l de solvant d'extraction (méthanol) a été ajouté à 100 $\mu$ l de la solution d' $ABTS^{\bullet+}$ . L'absorbance est mesuré au spectrophotomètre à 734 nm après 2,5 min exactement d'incubation à l'obscurité

L'activité antioxydante est exprimée en pourcentage d'inhibition du radical  $ABTS^{\bullet+}$  selon la formule suivante :

$$\text{Le (\% d'inhibition du } ABTS^{\bullet+} = (Ac - Ae / Ac).100$$

Ac : absorbance de contrôle.

Ae : absorbance d'échantillon.

La quantité en antioxydants ayant une activité anti radicalaire est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage (Annexe 02) réalisé avec le Trolox comme standard et les résultats sont exprimés en mg d'E.T/kg d'huile.

### I.10.3 Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur des extraits méthanolique a été déterminé selon la méthode (Amro *et al.*, 2002).

Un volume de 2.5 ml d'extrait méthanolique est additionné à 2.5 ml de tampon phosphate (0.2M, pH=6.6) et 2.5 ml de ferricyanure de potassium  $K_3 [Fe(CN)_6]$  à 1%. Le mélange est incubé à 50°C pendant 20 min, puis 2.5 ml d'acide trichloracétique à 10% sont ajoutés au mélange avant d'être centrifugé à 5000 tours par min pendant 10 min. Dans un tube

à essai, sont mélangés 2.5 ml de surnageant, 2.5ml d'eau distillée, et 0.5 ml de chlorure de ferrique (Fe CL<sub>3</sub>) à 0.1%. Après 10 min l'absorbance est mesurée à 700 nm.

La quantité d'antioxydants ayant un pouvoir réducteur est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique (Annexe 01) les résultats sont exprimés en mg d'E.A.G/kg.

#### **I.10.4 Test de Rancimat**

Le principe de Rancimat consiste à vieillir prématurément les huiles et les graisses par décomposition thermique. Les composés volatils dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans une fiole contenant de l'eau distillée dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité électrique. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure et d'enregistrement. La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides carboxyliques volatils produits au cours de l'oxydation (Läubli et Bruttel, 1989; Farhoosh, 2007).

La stabilité de nos huiles est déterminée selon ISO/6886/96, à l'aide d'un appareil Rancimat Metrohm n°743. Un flux d'air fixé à 10 l/h traverse un échantillon d'huile de 3 g chauffé à 110°C. La période d'induction exprimée en heures correspond au temps écoulé entre le début de la mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement (Point d'inflexion de la courbe de conductivité), entre autre le temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

#### **I.11 Etude statistique**

Mise à part l'analyse du profil d'acides gras par CPG et test de Rancimat, chaque analyse a été réalisée en trois essais et les résultats représentent la moyenne des trois mesures. Une analyse de la variance ANOVA par le logiciel STATISTICA est utilisée pour la comparaison des résultats et le degré de signification des données est pris à la probabilité ( $p < 0,05$ ).

# Résultats et discussion



## **Chapitre II : Résultats et discussion**

### **II.1 Indice de maturité**

L'indice de maturité est l'un des paramètres qui pourrait nous renseigner sur la maturité du fruit et sa date de récolte (Abdalla *et al.*, 2008). Les résultats d'indice de maturité des échantillons étudiés sont représentés dans le tableau suivant :

**Tableau VII :** Indice de maturité des quatre stades d'olive de la variété *Chemlal* étudiés.

Le stade de maturité	Indice de maturité
Stade 1 (S1)	$3,59 \pm 0,11$ a
Stade 2 (S2)	$4,59 \pm 0,09$ b
Stade 3 (S3)	$5,25 \pm 0,8$ c
Stade 4 (S4)	$6,53 \pm 0,18$ d

L'analyse statistique effectuée indique l'existence d'une différence significative ( $P < 0,05$ ) de l'indice de maturité des olives à différents stades de maturité.

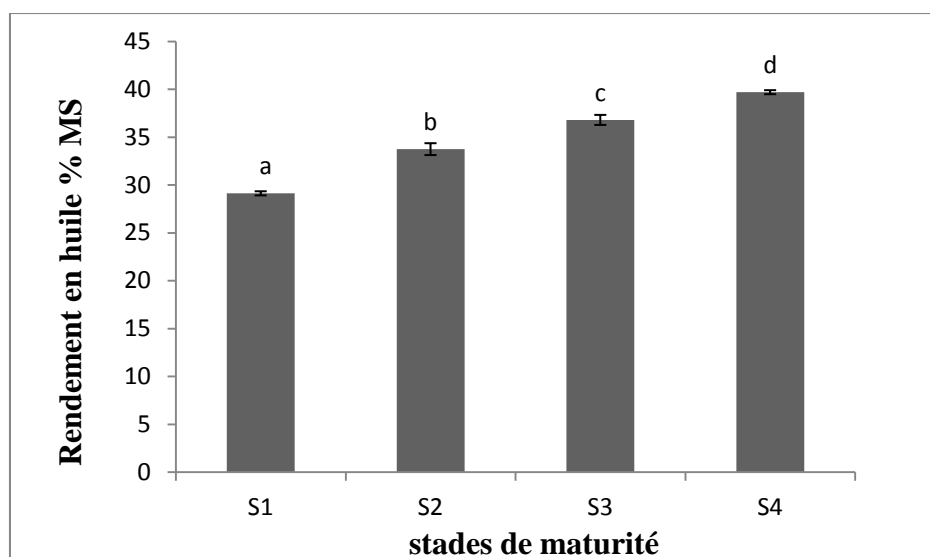
La différence d'indices de maturité des olives entre les échantillons est due à la différence de période de la récolte. Cela indique que cet indice augmente durant le processus de maturation des fruits.

D'après les résultats obtenus on remarque que le premier stade donne le plus faible indice de maturité (3,59) suivi par le deuxième, troisième et le quatrième stade (4,59, 5,25 et 6,53) respectivement.

A partir de deuxième stade qui correspond au mois de janvier les olives sont déjà noires avec un indice de maturité de (4,59) ce qui est similaire avec les résultats de Mraicha *et al.* (2010) qui ont lié les valeurs d'indice de maturité avec le changement de la couleur de fruits, qui est vert en octobre et noir en janvier.

### **II.2 Teneur en huile des olives**

L'évolution du rendement en huile des échantillons d'olive au cours de la maturation exprimé en pourcentage de matière sèche sont représentés dans la figure 05.



**Figure 05:** Teneur en huile des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique des résultats obtenues montre une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre la teneur en huile des échantillons selon le stade de maturité.

Après analyse de nos résultats, on remarque que la teneur la plus faible en huile est enregistrée pour les olives de la 1<sup>ère</sup> récolte avec un pourcentage de 29,13% matière sèche, cette teneur augmente d'un stade à un autre pour atteindre un maximum de 39,7% de matière sèche au 4<sup>ème</sup> stade.

D'après Ait Yacine *et al.* (2002) le rendement en huile augmente au cours de la maturation, ils ont enregistré une augmentation évaluée à 17,3% pour la variété marocaine (*Picholine*) en passant du stade vert au stade noir.

### II.3 Composition en acides gras

L'analyse de la composition en acides gras totaux est qualitativement similaire entre les différents échantillons. Mais quantitativement, tous les échantillons étudiés présentent des teneurs différentes en acides gras.

Les résultats de la composition en acides gras des huiles analysées sont représentés dans le tableau ci-dessous. D'après les chromatogrammes (Annexe 3), les acides gras détectés sont : l'acide palmitique (C16 :0), stéarique (C18 :0), oléique (C18 :1), linoléique (C18 :2), linoléinique (C18 :3) et l'acide arachidique (C20 :0).

**Tableau VIII** : composition en acides gras totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % des acides gras totaux).

Variété	Stades de maturité	C16:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	C20:0	AGS	AGI	C18 :1/c 18 :2
<b>Chemlal</b>	<b>S1</b>	15,97	1,75	66,6	13,84	0,64	0,00	17,72	81,14	4,81
	<b>S2</b>	17,31	1,71	66,89	12,84	0,84	0,38	19,4	80,57	5,20
	<b>S3</b>	16,51	1,61	65,65	15,14	0,73	0,32	18,44	81,52	4,33
	<b>S4</b>	14,41	1,74	66,64	16,57	0,63	0,00	16,15	83,84	4,02

L'acide oléique est l'acide gras, dominant de l'huile d'olive, tous les échantillons étudiés ont des proportions supérieures à 65%. Suivi par l'acides palmitique (C16 :0) et linoléique (C18 :2).

La teneur en acide oléique diffère d'un stade à l'autre, pour le premier stade elle est de 66,6 %, on remarque une légère augmentation pour le deuxième stade (66,89%) mais elle diminue dans le troisième stade puis elle augmente encore une fois au quatrième stade pour atteindre une valeur de 66,64%.

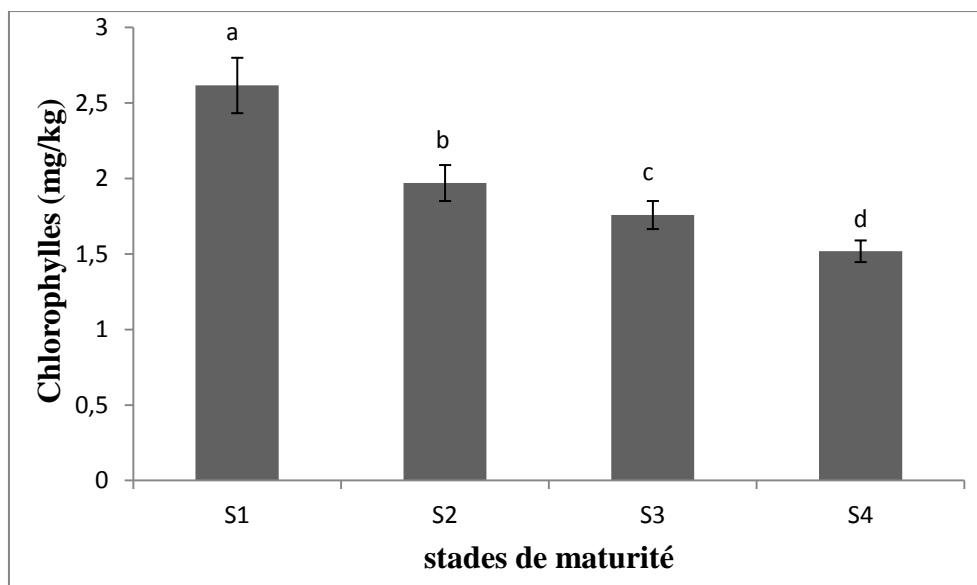
D'après nos résultats, on remarque que le premier stade donne une teneur en acide palmitique de 15,97%, qui augmente dans le deuxième stade pour atteindre 17,31% alors qu'elle diminue dans le troisième et quatrième (16,51 et 14,41%) respectivement.

Nos résultats répondent aux normes établis par le conseil oléicole international (2011) concernant la composition moyenne en acide gras de l'huile d'olive.

Le rapport acide oléique/acide linoléique varie selon le degré de maturité. Il est utilisé comme paramètre de stabilité et plusieurs études ont montré qu'un rapport élevé renferme une stabilité oxydative importante (Matos *et al.*, 2007b). La diminution du rapport oléique/linoléique durant la maturation peut être expliqué par l'activité de l'enzyme oléate désaturase transformant l'acide oléique en linoléique (Baccouri *et al.*, 2008).

## II.4 Chlorophylles

Les teneurs en chlorophylles des échantillons étudiés sont représentés dans la figure 06.



**Figure 06 :** Teneur en chlorophylles des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

La teneur en chlorophylle montre une diminution au cours de la maturation des olives.

L'analyse statistique indique que les teneurs en chlorophylles des huiles analysés diffèrent significativement ( $p < 0,05$ ) selon le stade de maturité.

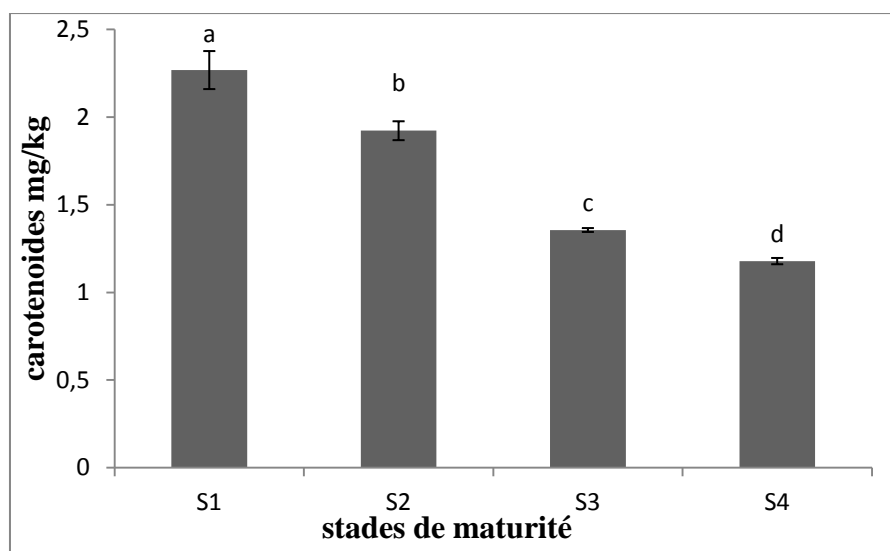
La teneur la plus élevée en chlorophylle est marquée pour l'huile issue des olives du premier stade avec une valeur de 2,61 mg/kg et cette teneur diminue pour atteindre un minimum de 1,51 mg/kg pour le quatrième stade.

Nos résultats sont similaires à ceux trouvés par Salvador *et al.* (2001). Cette diminution est le résultat d'une dégradation de la chlorophylle par l'action des trois enzymes (les chlorophyllases, la Mg-déchélatase et la phéophorbide oxygénase) donnant ainsi des dérivés incolores (Gallardo-Guerrero *et al.*, 2002).

## II.5 Antioxydants

### II.5.1 Caroténoïdes

Les huiles analysées montrent des teneurs faibles en caroténoïdes et les résultats sont illustrés dans la figure 07.



**Figure 07 :** Teneur en caroténoïdes totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

\* les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique effectuée indique l'existence d'une différence significative ( $P < 0,05$ ) des teneurs en caroténoïdes des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

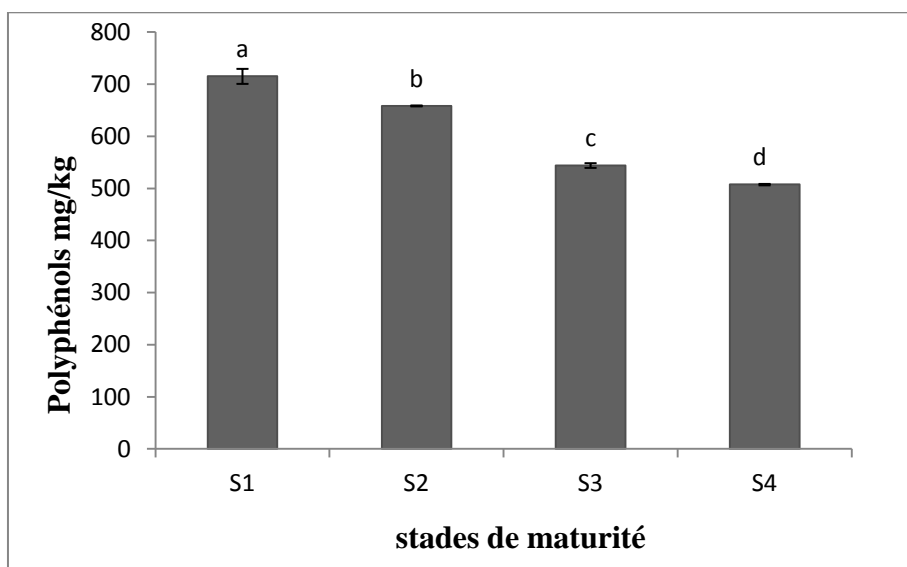
Les teneurs en caroténoïdes montrent une diminution au cours de la maturation. L'huile issue des olives du premier stade présente la teneur la plus élevée (2,26 mg/kg), cette teneur diminue pour atteindre (1,17 mg/kg) au quatrième stade.

Nos résultats sont largement inférieurs à ceux obtenus par Baccouri *et al.* (2008) pour la variété tunisienne (*Chemlali*) qui ont trouvé des teneurs en caroténoïdes de 11,23 mg/kg et 1,23 mg/kg pour les stades vert et noir, respectivement. Il est à noter que les olives de notre 1<sup>ère</sup> récolte ont un indice de maturité de 3,59 qui correspond à un stade tournant (épiderme violet).

La diminution de la teneur en caroténoïdes de nos échantillons au cours de la maturation peut être due à leur oxydation comme second substrat durant la peroxydation lipidique sous l'action des lipoxygénases, comme elle peut être expliquée par leur dégradation pendant le processus d'extraction (Gallardo-Guerrero *et al.*, 2002).

## II.5.2 Composés phénoliques totaux

Les teneurs de nos échantillons d'huile en composés phénoliques totaux exprimé en milligramme équivalent acide gallique par kilogramme d'huile d'olive révèlent des différences significatives ( $P < 0,05$ ) d'un stade à un autre (Figure 08).



**Figure 08 :** Teneur en polyphénols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

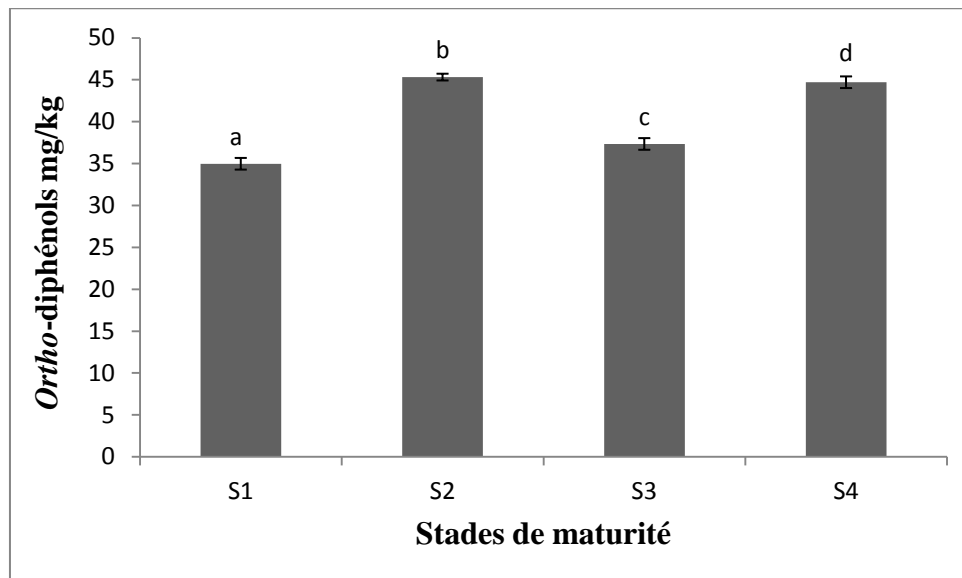
D'après nos résultats, on remarque que la teneur en composés phénoliques diminue au cours de la maturation, la teneur la plus élevée est enregistré pour le stade (1) avec une valeur de (715,31 mg/kg), cette teneur diminue d'un stade à un autre pour atteindre un minimum de (507,5 mg/kg) pour le stade (4). Les résultats que nous avons obtenus sont très proches de ceux de Beltran *et al.* (2005) pour la variété espagnole *Hojiblanca*. Par contre Tamendjari *et al.* (2004), ont trouvé des teneurs inférieures pour la variété *Chemlal* (396,3 -290,3 mg/kg pour le stade vert et noir respectivement).

Cette diminution est peut être due à la diminution de l'activité enzymatique de L-phénylalanine ammonia-lyase (PAL) responsable de la synthèse des composés phénoliques durant la maturation des olives (Tovar *et al.*, 2002). Elle peut être expliquée également par l'augmentation de l'activité des estérases et des glucosidases sur l'oleuropéine durant la maturation, en libérant des substances phénoliques et d'autre non phénoliques (Ryan *et al.*, 2002).

D'autres facteurs peuvent influencer la teneur en polyphénols, à savoir l'état sanitaire des olives, les paramètres d'extraction et le stockage de l'huile d'olive et les conditions agronomique (Conde *et al.*, 2008 ;Youssef *et al.*, 2011).

### II.5.3 *Ortho*-diphénols

Les résultats des teneurs de nos échantillons en *ortho*-diphénols sont représentés dans la figure 09.



**Figure 09 :** Teneur en *ortho*-diphénols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

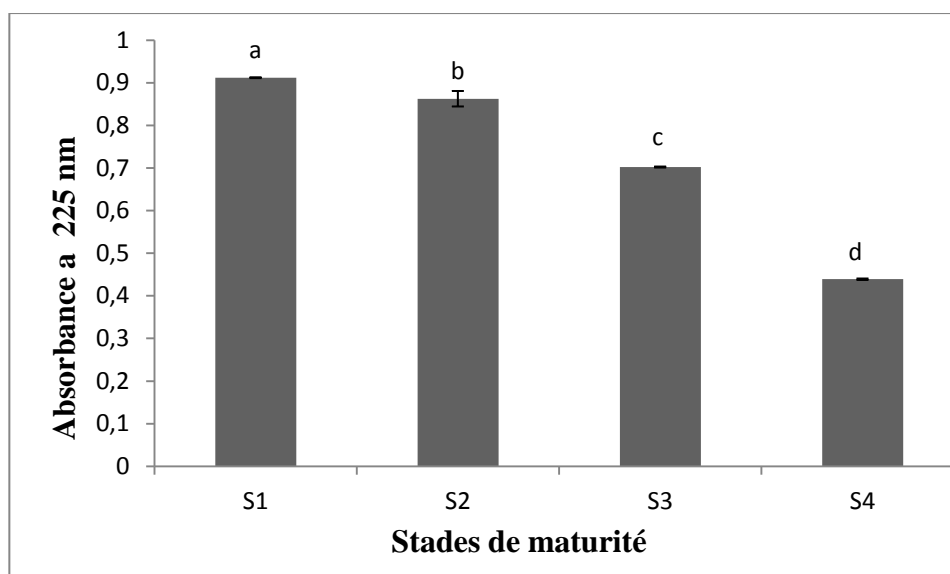
\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique effectuée montre qu'il existe une différence significative ( $p < 0,05$ ) des échantillons étudiés quant à leur teneurs en *ortho*-diphénols.

D'après nos résultats, on remarque que le deuxième stade se caractérise par la teneur la plus élevée en *ortho*-diphénols avec une valeur de (45,31 mg/kg) par rapport aux autres stades de maturité. L'évolution des *ortho*-diphénols au cours de la maturation diffère de celle des polyphénols, elle augmente du premier au deuxième stade pour atteindre le maximum, ensuite diminue au troisième stade (37,34 mg/kg) et elle augmente au quatrième (39,97 mg/kg). La même évolution est enregistrée par Laribi *et al.* (2009), qui ont travaillé sur la même variété (*Chemlal*).

### II.6 Indice d'amertume

L'amertume est considéré comme un attribut sensoriel positif dans l'huile d'olive (Morello *et al.*, 2004 ; Favati *et al.*, 2013). Les résultats d'indice d'amertume obtenue sont représentés dans la figure 10.



**Figure 09** : Indice d'amertume des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse des résultats des indices d'amertume de nos échantillons montre que l'huile issue des olives de la première récolte présente l'indice d'amertume le plus élevé (0,91) et la faible valeur est notée pour l'huile issue des olives de la dernière récolte (0,43). Les indices d'amertume enregistrés présentent une évolution semblable à celle des composés phénoliques totaux en fonction de la maturité des olives. Une corrélation significativement positive avec un coefficient de 0,92 est notée entre l'indice d'amertume et les teneurs en polyphénols totaux. Donc la diminution de l'indice d'amertume de l'huile au cours de la maturation est due à la diminution des composés phénoliques, résultats similaire à ceux trouvée par Morello *et al.* (2004) et Beltran *et al.* (2005) qui ont lié l'indice d'amertume avec la teneur en polyphénols de l'huile. Beltran *et al.* (2005) ont obtenu un coefficient de corrélation de 0,89 pour la variété *Hojiblanca*.

Les principaux composés phénoliques responsables du goût amer de l'huile d'olive vierge sont les acides phénolique, oleuropéine glucoside et ses aglycones (Koprivnjak *et al.*, 2009).

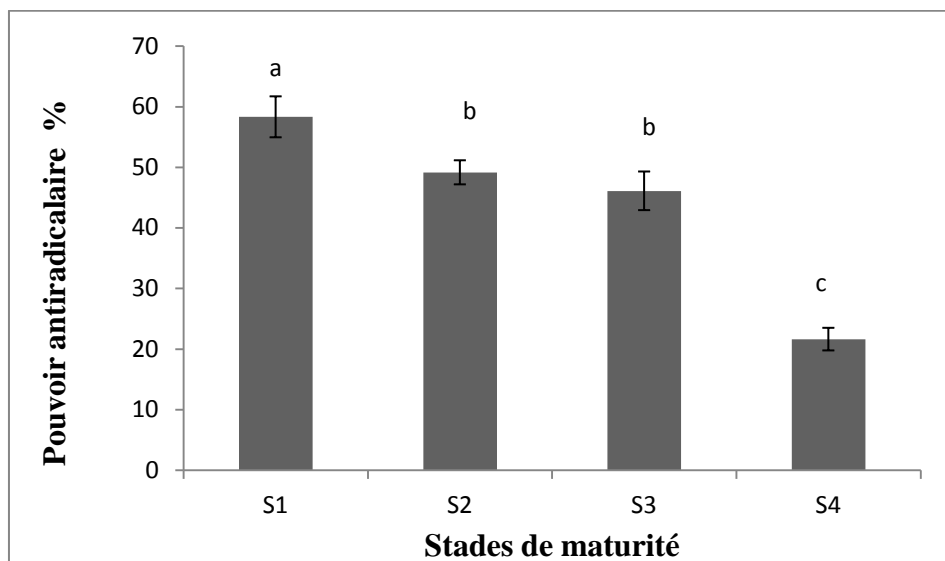


## II.7 Activités antioxydantes

### II.7.1 Activité antiradicalaire du radical DPPH

#### II.7.1.1 Activité scavenger de l'huile

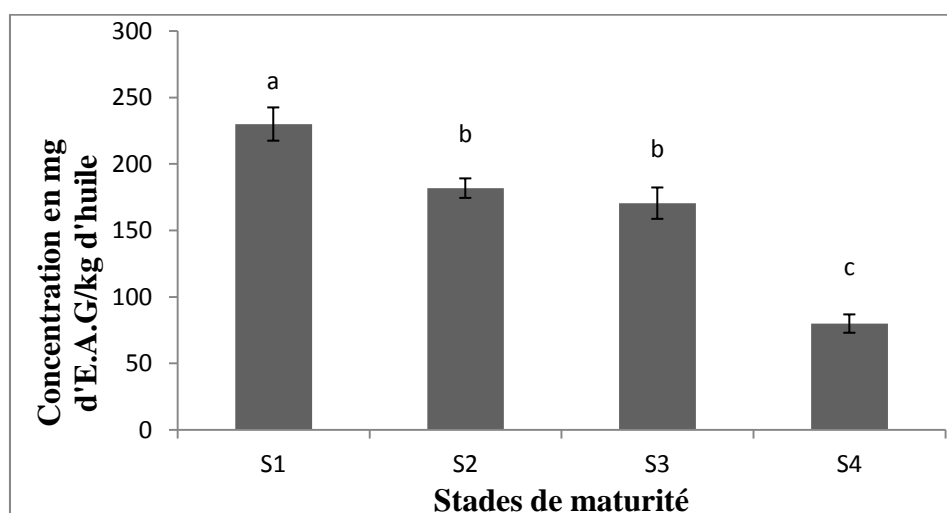
Les résultats d'activité antiradicalaire des échantillons d'huile d'olive sont représentés dans les figures 11 et 12. L'étude statistique révèle des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les échantillons selon le stade de maturité pour le pouvoir antiradicalaire du radical DPPH de l'huile.



**Figure 11 :** Pouvoir antiradicalaire du radical DPPH des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal* (en % d'inhibition).

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.



**Figure 12 :** Activité antiradicalaire du radical DPPH des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal* (en mg d'E.A.G/kg).

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Après analyse de nos résultats on remarque que l'huile issue des olives de la première récolte exerce une meilleure activité antiradicalaire : 58,32% correspondant à 230,03 mg d'E.A.G/kg d'huile et la faible activité est enregistrée pour l'huile issue des olives de la dernière récolte avec un pourcentage de 21,62% correspondant à 80,00 mg d'E.A.G/kg d'huile.

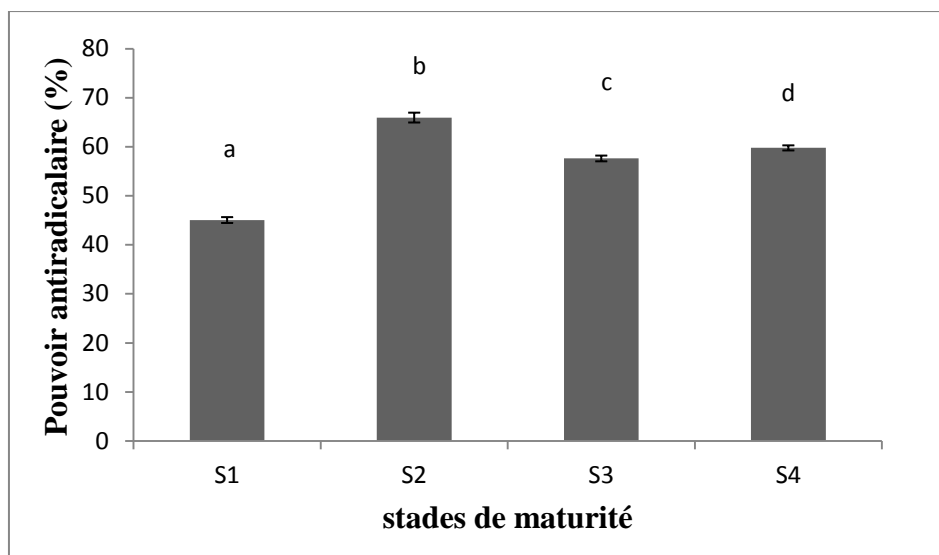
L'activité antiradicalaire de nos échantillons d'huile étudiés montre une diminution au cours de la maturation en passant du premier stade au quatrième stade. Ce pouvoir présente la même évolution que celle de certains antioxydants de l'huile (composés phénolique totaux et caroténoïdes) au cours de la maturité. Ceci est confirmé par des corrélations significatives positives entre l'activité antiradicalaire et les composés phénoliques totaux (0,87) ainsi que les caroténoïdes (0,87). Ugurlu Asik et Ozkan (2011) ont abouti à des corrélations significatives entre l'activité scavenger du radical DPPH et les teneurs en composés phénoliques totaux pour la variété turque *Memecik*.

### II.7.1.2 Activité scavenger de l'extrait méthanolique

L'activité antiradicalaire du radical DPPH des extraits méthanoliques des échantillons d'huile d'olive est représentée dans les figures 13 et 14. L'étude statistique révèle des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les échantillons selon la période de récolte pour le pouvoir antiradicalaire du radical DPPH des extraits méthanoliques.

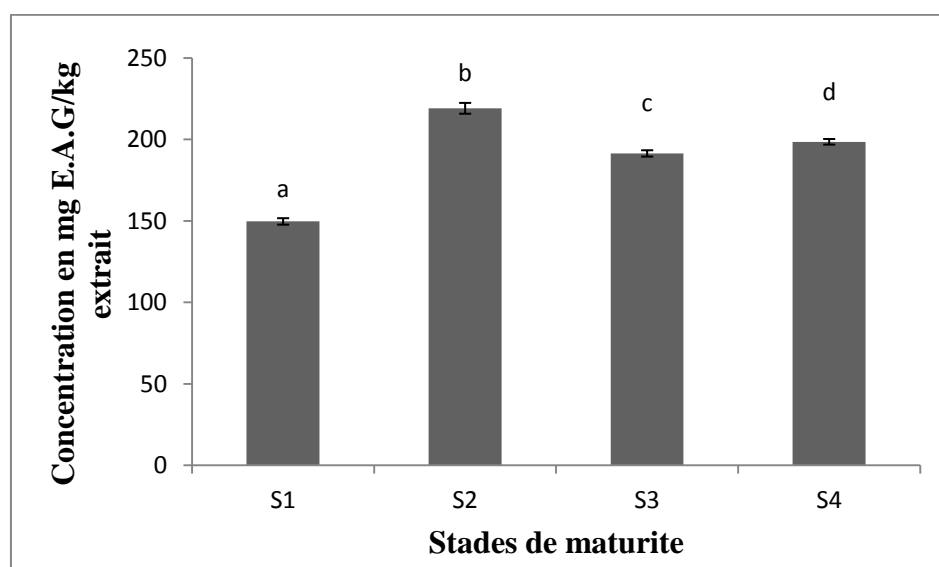
Après l'analyse de nos résultats obtenue pour l'activité antiradicalaire du radical DPPH des extraits méthanoliques, on a constaté que l'huile issue des olives du deuxième stade présente une meilleure activité antiradicalaire (65,95%) qui correspond à (219,06 mg d'E.A.G/kg), cette activité diminue dans l'huile issue des olives du troisième stade (57,61% qui correspond à 191,38 mg d'E.A.G/kg), elle augmente légèrement dans le quatrième stade (59,76 % qui correspond à 198,52 mg d'E.A.G/kg).

L'évolution de l'activité antiradicalaire des extraits de nos échantillons d'huile, étudié au cours de la maturation suit le même rythme que l'évolution des *ortho*-diphénols. Une corrélation significative positive est obtenue entre l'activité antiradicalaire et les teneurs en *ortho*-diphénols avec un coefficient de corrélation de (0,90).



**Figure 13 :** Pouvoir antiradicalaire du radical DPPH des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal* (en % d'inhibition)

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).  
 \*Les barres verticales représentent les écarts-types.



**Figure 14 :** Activité antiradicalaire du radical DPPH des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal* (en mg d'E.A.G/kg).

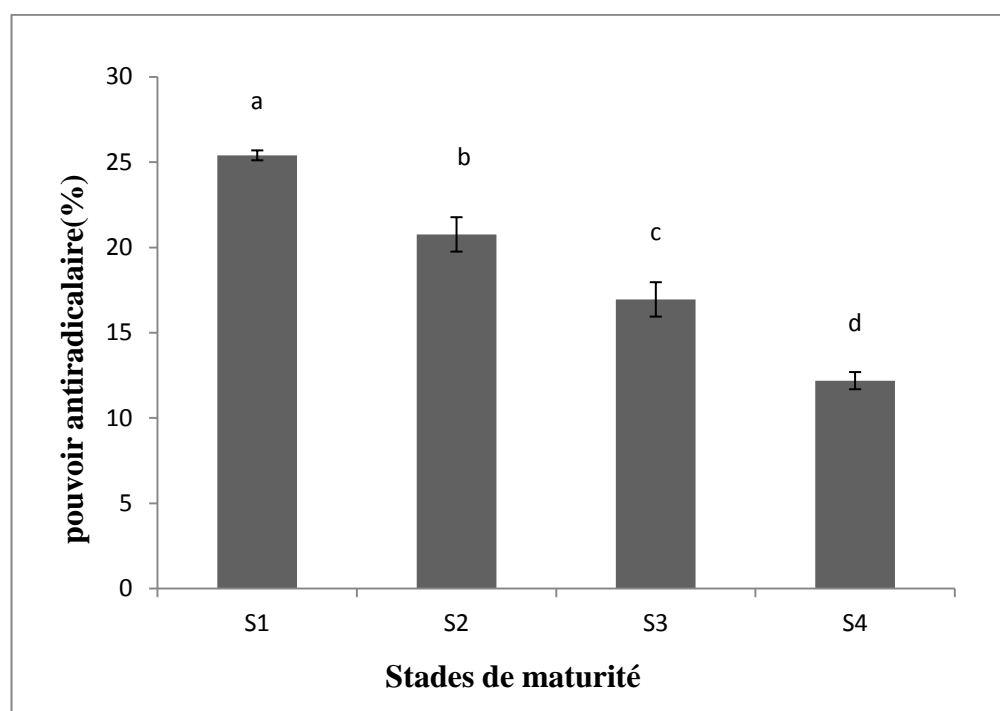
\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).  
 \*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Les composés phénolique qui présentent une forte activité antioxydant appartient au groupe des *ortho*-diphénols (Oliveras-Lopez *et al.*, 2007) et leurs activité est plus

importante que celle des phénols monohydroxylés comme le tyrosol et ligstroside aglycone (Carrasco-Pancorbo *et al.*,2005). Selon Lesage-Meessen *et al.*(2001) l'hydroxytyrosol qui est un *ortho*-diphénols majoritaire de l'huile d'olive présente une bonne activité antioxydante.

### II.7.2 Activité scavenger du radical ABTS<sup>+</sup> de l'extrait méthanolique

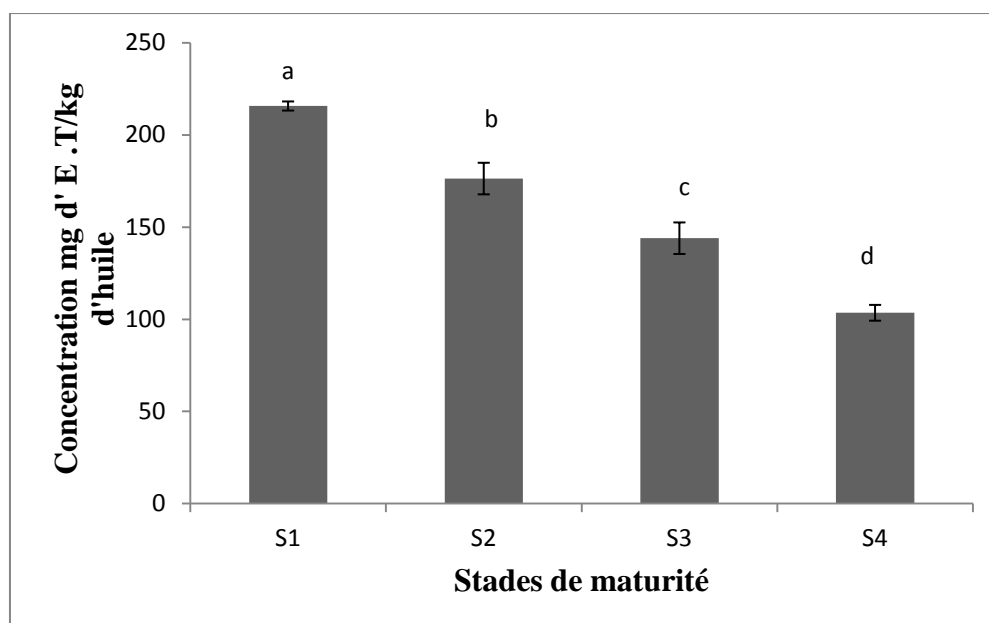
Les résultats d'activité antiradicalaire du radical ABTS des extraits méthanoliques des échantillons d'huile d'olive sont représentés dans les figures 15 et 16. L'étude statistique révèle des différences significative ( $p < 0,05$ ) entre les échantillons selon le stade de maturité pour le pouvoir antiradicalaire du radical ABTS des extraits d'huile.



**Figure 15 :** Pouvoir antiradicalaire du radical ABTS des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal* (en% d'inhibition).

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.



**Figure 16 :** Activité antiradicalaire du radical ABTS des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal* (en mg d'E.T/kg).

\* les valeurs portant les différents lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

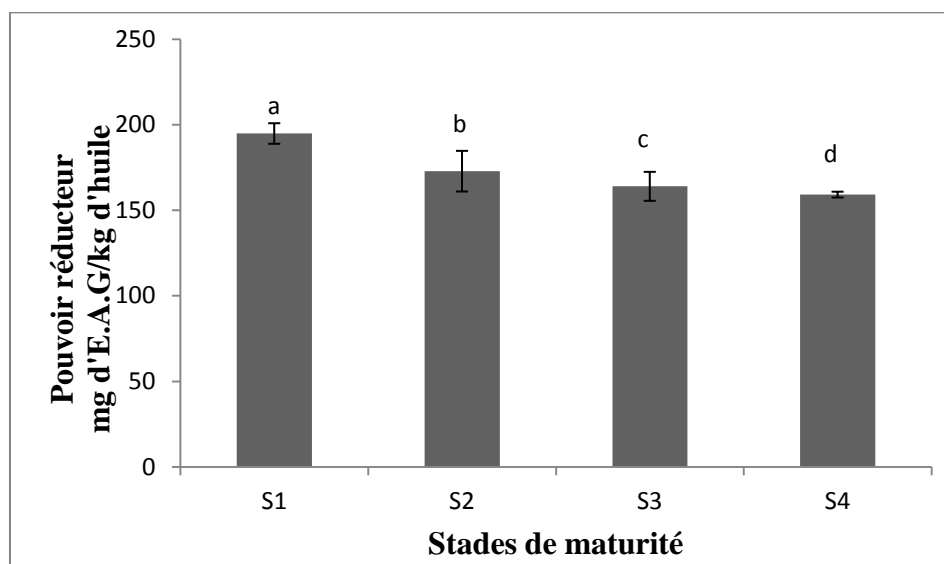
L'évolution de l'activité antiradicalaire du radical ABTS suit le même ordre que celui des teneurs en polyphénols totaux. D'après nos résultats, la meilleure activité antiradicalaire contre le radical ABTS<sup>+</sup> est constatée pour l'extrait d'huile d'olive issue des olives du premier stade (25,39% correspondant à 215,66 mg E.T/kg d'huile), cette activité diminue d'un stade à un autre, la plus faible activité antiradicalaire est notée pour le stade (4) (12,19% correspondant à 103,51 mg E.T/kg d'huile) reflétant son taux faible en polyphénols totaux.

Une corrélation positive est obtenue entre l'activité antiradicalaire des extraits contre le radical ABTS<sup>+</sup> et les concentrations en polyphénols totaux avec un coefficient de corrélation de 0,96. Samaniego Sanchez *et al.* (2007) ont abouti à des corrélations positives entre l'activité antiradicalaire du radical ABTS<sup>+</sup> et les teneurs en polyphénols totaux avec un coefficient de corrélation de 0,79.

### II.7.3 Pouvoir réducteur

L'étude statistiques révèle des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

L'analyse des résultats d'évolution du pouvoir réducteur de nos échantillons (Figure 17) montre que l'huile issue des olives du premier stade exerce une meilleure activité réductrice 194,85 mg E.A.G/kg suivi par celle issue du deuxième, troisième et quatrième stade pour lesquels on a enregistré les valeurs respectives de : 172,83 , 163,99 , 159,15 mg E.A.G/kg.



**Figure17** : pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

\* les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ).  
\*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Après l'analyse des résultats, on a constaté que le pouvoir réducteur diminue au cours de la maturation. La différence du pouvoir réducteur d'un stade de maturité à un autre peut être attribuée à la variation quantitative et qualitative en composés phénoliques totaux.

D'après Benkeblia *et al.* (2005) le pouvoir réducteur d'un extrait est essentiellement due aux composés phénoliques. Une corrélation significative positive est obtenue entre le pouvoir réducteur des extraits d'huile d'olive et les teneurs en composés phénoliques totaux avec un coefficient de corrélation de 0,93.

#### II.7.4 Test de Rancimat

Les résultats du test d'oxydation accéléré effectué pour estimer la stabilité oxydative de nos échantillons d'huile, sont exprimés en temps d'induction (heures),

déterminés à partir d'une courbe de conductivité (Annexe 3) et ils sont représentés dans le tableau ci-dessous.

**Tableau IX :** Temps d'induction (heures) des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

Echantillon	Temps d'induction (heures)
S1	39,01
S2	43,52
S3	42,20
S4	29,53

Après l'analyse des résultats obtenues, on remarque que l'huile issue des olives de la deuxième récolte enregistre un temps d'induction le plus élevé (43,52h), cette huile présente donc la meilleure stabilité oxydative. Ceci peut être expliqué par la teneur élevée en *ortho*-diphénols (45,31 mg/kg) dans ce stade. Cette stabilité diminue à partir du deuxième stade pour atteindre un minimum de (29,53h) au stade (4).

Selon Allalout *et al.* (2009) la stabilité oxydative est liée au rapport C8 :1/C18 :2 qui est considéré comme un indicateur de stabilité. En effet l'évolution de la stabilité oxydative de nos échantillons suit le même ordre d'évolution que celui du rapport c18 :1/c18 :2, alors qu'elle est inversement proportionnelle à la teneur en acides gras insaturés.

D'après Beltran *et al.* (2005) ; Matos *et al.* (2007) et Baccouri *et al.* (2008) la stabilité oxydative diminue avec la diminution des teneurs en antioxydants (polyphénols totaux, caroténoïdes et tocophérols).

# Conclusion



## Conclusion

La présente étude a permis de déterminer la composition chimique de l'huile d'olive notamment en antioxydants de la variété *Chemlal* à quatre stades de maturité ainsi que leur pouvoir antioxydant.

La teneur en huile d'après les analyses effectuées sur les olives à différentes dates de récolte, montre une augmentation au cours du processus de la maturation. Le rendement le plus élevé est enregistré pour les olives de la quatrième récolte.

La composition en acides gras est influencée par le degré de maturité. Toutes les huiles ont des proportions en acides oléique supérieures à 65%, la valeur la plus élevée est enregistrée pour l'échantillon de l'huile issue des olives récoltées en mois de janvier (66,89%).

Les teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes diminuent considérablement au cours de la maturation des olives. Les huiles issues des olives de la première récolte présentent les teneurs en ces pigments les plus élevées : 2,61mg/kg pour la chlorophylle et 2,26 mg/kg pour les caroténoïdes.

Les résultats de la présente étude montrent également que les teneurs en composés phénoliques diminuent au cours de la maturation. La teneur la plus élevée est enregistrée pour l'huile issue des olives récoltées en mois de décembre (715,31 mg/kg). Quant aux *orthodiphénols* le taux le plus important est noté pour l'huile issue des olives récoltées en mois de janvier (45,31 mg/kg).

L'évaluation de l'activité antioxydante des extraits méthanoliques des échantillons d'huile montre que la première récolte se caractérise par la meilleure activité réductrice 194,85 mg E.A. G/ Kg, ainsi qu'une meilleure activité antiradicalaire du radical ABTS : 215,66 mg E.T/kg. La meilleure activité antiradicalaire du radical DPPH des extraits méthanoliques est notée pour l'huile issue des olives de la deuxième récolte alors que celle de l'huile est enregistrée pour la première récolte. La stabilité oxydative de nos échantillons montre que

l'huile issue des olives de la deuxième récolte présente une excellente stabilité avec un temps d'induction de 43,52 h.

Des corrélations positives significatives ont été établies entre les composés phénoliques totaux et les tests évaluant la capacité antioxydante de l'huile. Ce qui nous laisse suggérer l'importance des polyphénols totaux dans l'activité antioxydante. D'autre part des corrélations positives significatives sont établies entre les différents antioxydants (composés phénoliques totaux et caroténoïdes) et l'activité antioxydante des échantillons d'huiles d'olive.

# Références bibliographiques

## A

**Abdalla A.E. M., Entissar A., El-Difrawy Y. et Abdelneem F.** 2008. A Trudy on the Effect of Harvest Time on Quality of Egyptian Olive Oil. *Journal Food Science and Technology*, 61-74.

**Ait Yacine Z., Serhrouchni M. et Hilali S.** 2002. Evolution de la composition acidique de l'huile d'olive à différents stades de la maturité des olives. Cas du Périmètre du Tadla- Maroc. *Olivae*, 94 :51-53.

**Allalout A ., Krichéne D., Methenni K., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D. et Zarrouk M.**2009. Characterization of virgin olive oil from Super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae*, 120: 77–83.

**Amro B., Aburjai. T et Al-Khalil. S.** 2002. Antioxydative and radical scavenging affects of olive cake extract.*Fitoterapia*, 73:456-461.

## B

**Baiano A., Gambacorta G., Terracone C., Previtali M.A., Lamacchia. C et La Notte. E.** 2009. Changes in Phenolic Content and Antioxidant Activity of Italian Extra-Virgin Olive Oils during Storage. *Journal of food science*, 74(2):177-183.

**Baccouri B., Baccouri O., Zarrouk W., Ben Temime S., Taamalli W., Daoud D. et Zarrouk M.** 2006. Evaluation de la composition des huiles de quelques oléastres sélectionnés: Les antioxydants naturels. *Laboratoire Caractérisation et Qualité de l'Huile d'Olive*,65 : 244-249.

**Baccouri B ., Zarrouk W., Krichene D., Nouairi I., Ben Youssef N., Daoud D. et Zarrouk M.** 2007. Influenceof fruit Ripening and Crop Yield on Chemical Properties of Virgin Olive Oils from Seven Selected Oleasters (*Olea europea* L.). *Journal d'Agronomie*, 6: 388-396.

**Baccouri O., Mokhtar G., Baccouri B., Cerretani L., Bedbabisa S., Ben Rouinab B. et Boukhrisa M.** 2010. The effect of waste water irrigation on the extra virgin olive oil quality from the Tunisian cultivar Chemlali. *Scientia Horticulturae*, 125: 556–561.

**Beltran G., Paz Aguilera M., Del Rio C., Sanchez S. et Martinez L.** 2005. Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of *Hojiblanca* virgin olive oils. *Food Chemistry*, 89: 207–215.

**Ben Tekaya. I et Hassouna M.** 2007. Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *Oléagineux corps gras lipides*, 14 :60-67.

**Ben Temime S., Taamalli W., Baccouri B., Abaza L., Daoud D et Zarrouk M.** 2006. Changes In Olive Oil Quality of *Chetoui* Variety According to Origin of Plantation. *Journal of Food Lipide*, 13: 88–99.

**Benabid H.** 2009. Caractérisation de l'huile d'olive algérienne Apports des méthodes chimio-métriques. Thèse de doctorat en science alimentaire. Soutenue à l'université Mentouri de Constantine.

**Bendini A., Bonoli. M., Cerroni L., Bigguzi B., Lercker G. et Toschi. T.G.** 2003. Liquid liquid and solide-phase extractions of phenols from virgin olives oil and their separation by chromatographic and electrophoretic methods. *Journal of Chromatography*, 985:425-433.6

**Benkeblia N.** 2005. Free-Radical scavenging capacity and antioxydant properties of some selected onions (*Allium cepa L.*) and garlic (*Allium sativum L.*) extracts. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 48 (5) : 753-759.

**Berra B.** 1998. Les composante mineurs de l'huile d'olive, aspects biochimiques et nutritionnels, *Olivae*, 73 :29-30.

**Birch J et Jansen I.** 2009. Composition and stability of olive oil following partial crystallization. *Food Research International*, 42: 826–831.

**Blekas G., Tsimidou M. et Boskou D.** 1995. Contribution of ar-tocopherol to olive oil stability. *Food Chemistry*, 52 :289-294.

**Boskou D.** 2012 « Chapitre 13. Produits alimentaires méditerranéens : recherche et développement ». *In CIHEAM. Presses de Sciences Po « Annuals »*p:279-297.

**Boskou D., Tsimidou M. et Blekas G.**2006. Polar Phenolic Compounds. *Food Chemistry and Technology*,5:73-92.

**Brand-Williams W., Cuvelier M.E ., Berset C.**1995. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lebensmittel- Wissenschaft Technologie*, 28:25-30.

**Bruni U., Cortesi N. and Fiorano P.** 1994. Influence des techniques agronomiques, des cultivars et des zones d'origine sur les caractères de l'huile d'olive vierge et les niveaux de certains de ses composants « mineurs ». *Olivae*, 53 : 28-34.

## C

**Candan F., Unlu M., Tepe B., Daferera D., Polissiou M., Sökmenc A. et Askin Akpulat H.** 2003. Antioxidant and antimicrobial activity of the essential oil and methanol extracts of *Achillea millefolium* subsp. *millefolium* Afan. (Asteraceae). *Journal of Ethnopharmacology* 87: 215–220.

**Carrasco-Pancorbo A ., Cerretan L., Bendini A., Segura-Carretero., Del Carlo A.M., Gallina-Toschi T., Lercker G., Compagnone D. et Fernã Ndez-Gutieã Rrez A.** 2005. Evaluation of the Antioxidant Capacity of Individual Phenolic Compounds in Virgin Olive Oil. *Journal Agricultural Food Chemistry*, 53: 8918-8925.

**Caselli S., Modi G., Nizzi Grifi F. et Fiorino P.** 1993. Variabilité de la composition en acides gras, en stérols et en alcools de l'huile d'olive de cultivars de la Toscane. *Olivae*, 47 :46-50.

**C.E.** 2002. Commission Européenne Direction Generale de l'agriculture. Le secteur de l'huile d'olive dans l'union européenne : 1-8.

**Charbonnier.A.**1996. L'huile d'olive, aliment santé, 1-282.

**Chimi Hammadi.** 2006. Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'information et de liaison du programme national de transfert de technologie en agriculture, 141 :1-4.

**Chou S.T., chao W.W. et Chung Y.C.**2003.Antioxidative activity and safety of 50% ethanolic red bean extract (*Phaseolus radiatus L.var.Aurea*).*Journal of food science*, 68 (1):21-25.

**Cichelli A. et Pertesana G.P.**2004.High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometrics approach to variety classification. *Journal of chromatography*, 1046:141-146.

**C.O.I.** 2006. Guide de bonnes pratiques de fabrication des huiles d'olive. Agriculture et agrobusiness Intégrés. Chemonics International, Inc, 041: 5-37.

**C.O.I.** 2011. Norme Commerciale Applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Conseil Oléique International.

**Conde C., Delrot S. et Geròsa H.** 2008. Physiological, biochemical and molecular changes occurring during olive development and ripening. *Journal of Plant Physiology*, 165: 1545-1562.

**Costa F.**2002. Non-pharmacological treatment hypertension in women. *Journal of hypertension*, 20 (02) : 57-61.

**Criado M.N., Motilva M.J., Goñi M. et Romero M.P.** 2007. Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *Food Chemistry*, 100: 748–755.

**Cunha S. S., Fernandes J. O. et Oliveira M. B.P.P.** 2006. Quantification of free and esterified sterols in Portuguese olive oils by solid-phase extraction and gas chromatography–mass spectrometry. *Journal of Chromatography*, 1128: 220–227.

## **D**

**Danielle R. et Odile C.** 2007. *Botanique, pharmacognosie, phytothérapie*. P : 1-80.

**Dag A., Kerem Z., Yogev N., Zipori I., Lavee S. et Ben-Davida E.** 2011. Influence of time of harvest and maturity index on olive oil yield and quality. *Scientia Horticulturae*, 127:358–366.

**De Marco E., Savarese M., Paduano A. et Sacchi R.**2007. Characterization and fractionation of phenolic compounds extracted from olive oil mill wastewaters. *Food Chemistry*,104 : 858–867.

**Douzane M. et Bellai M.** 2005. Contribution à la caractérisation des huiles de quelques variétés populaires d'olive algériennes : étude de quelques composés mineurs de la fraction insaponifiable. *Olivae*, 103: 33-41.

## **F**

**Farhooch R.** 2007. The Effect Operational Parameters of the rancimat method and Determination of The Oxidative Stability measures and Shelf-Life prediction of soybean oil. *Journal of the American oil chemist's society*, 84: 205-209.

**Favati F., Caporale G et Bertuccioli. M.** 1994. Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasses y. Aceites*, 45: 68-70.



**Favati F., Condelli N., Galgano F et Carmela Caruso M.**2013. Extra virgin olive oil bitterness evaluation by sensory and chemical analyses. Food Chemistry, 139: 949–954.

## G

**Gallardo-Guerrero L., Roca M. et M Mínguez-Mosquera I.** 2002. Distribution of Chlorophylls and Carotenoids in Ripening Olives and Between Oil and Alperujo When Processed Using a Two-Phase Extraction System. Departamento de Biotecnología de Alimentos ,78(1):105-109.

**Garcia J.M., Sellar S. et Perez-Camino C.** 1996. Influence of fruit ripening on olive oil quality. Journal of Agricultural Food Chemistry, 44: 3516-3520.

**Ghanam J. et Benlemlih M.**2012.L'olive, un fruit grassement pourvu de nutriment santé in Polyphénols d'huile d'olive trésors sante !, 21-22.

**Ghanbari R ., Anwar F., Alkharfy K.M., Gilani A.H. et Saari N.**2012. Valuable Nutrients and Functional Bioactive in Different Parts of Olive (*Olea europaea* L.). ISSN 1422-0067. Int.J. Mol.Sci, 13: 3291-3340.

**Gimeno E., Castellote A.I., Lamuela-Raventos R.M., De la Torre M.C. et Lopez-Sabater M.C.** 2002. The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolic,  $\alpha$ -tocopherol, and  $\beta$ -carotene) in virgin olive oil. Food Chemistry, 78: 207–211.

**Graille J.** 2003Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In : lipides et corps gras alimentaires. Ed : techniques et documentation. Paris Londres New York.1-37. ISBN : 2-7430-0594-7.

**Ginesi C., Rosset C et Pichard A.** 2002. Alimentation crétoise en suisse : de la théorie protectrice à la réalité pratique. Rev. Méd. Suisse, 360: 23-33.

**Granier G.** 2006. Obtention d'une huile d'olive vierge extra de hautes qualités nutritionnelle et organoleptiques. *Domaine de Pierredon*, 42 : 1-14.

**Grati k.N., M.Khlif M., Ayadi H., Rekik., B.Rekik et Hamidi M.T.**1999.Evolution des caractéristiques chimiques de l'huile au cours de la maturation des olives. *Revue Ezzaitouna* 5 (1 et 2): 30-46.

**Gökhan D.** 2012. Freeze-dried ABTS<sup>+</sup> method: A ready-to-use radical powder to assess antioxidant capacity of vegetable oils. *Food Chemistry*, 133: 1658–1663.

## *H*

**Hamdi M.T., Grati K.N., Khlif M., Ayadi M., Rekik H. et Rekik B.** 1999. Evolution des caractéristiques chimiques de l'huile d'olive au courd de la maturation des olives. *Revue Ezzaitouna* 5 (1 et 2), 33:31-47.

**Hamia C.** 2007. Contribution à la composition et à l'étude chimique de l'huile du fruit de l'arganier "argania spinosa". *Magieter. Sc. Science et science de l'ingénieur.* Université kasdi merbah Ouargla.2007.p :112.

**Hèdia M.D., Krichéne D., Youssef O., Gallardo L., Sénachez J., Osorio E., Daoud D., Guido F. et Zarrouk M.** 2012. Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *Journal of Food Composition and Analysis*, 27: 109–119.

## *I*

**Inglese P.** 1994. L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive. *Olivae*, 54 : 42-44.

## *J*

**Jacotot B.**1996. Huile d'olive et prévention. *Nutrition, Clinique et Métabolique*, 10 : 7-9.

**Jacotot B. et Richard J.L.** 1989. L'huile d'olive. Rev. Fran. Corps gras. 129 : 45-48.

**José L., Quiles M., Ramirez-Tortosa C. et Yaqoob P.** 2006. Chemical Composition, Types and Characteristics of Olive Oil. *In olive oil and health*, 402: 45-62.

## K

**Kalua C.M., Allen M.S., Bedgood D.R., Bishop A.G., Prenzler P.D. R.**

2007. Olive oil volatile compounds, flavour development and quality. *Food Chemistry*, 100 :273–286.

**Kiritsakis A. et Osman M.** 1995. Effet du B carotène et de l'α tocophérol sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive. *Olivae*, 56 :25-28.

**Koprivnjak. O., Skevin D., Petričević S., Brki Bubolać K. et Mokrovčak Ž.** 2009. Bitterness, odor properties and volatile compounds of virgin olive oil with phospholipids addition. *Food Science and Technology*, 42: 50–55.

**Kumar C.N., Mishra K. et Ojha H.** 2012. Estimation of antiradical properties of antioxidants using DPPH assay: A critical review and results. *Food Chemistry*, 130: 1036–1043.

## L

**LAIB I.** 2012. Etude des activités antioxydante et antifongique de l'huile essentielle des fleurs sèches de *Lavandula officinalis* : application aux moisissures des légumes secs. *Nature & Technologie* 45 (07) : 45-51.

**Laribi R., Rovellini P., Deflaoui L., Aidli A., Mettouchi S., Arrar L. et Tamendjari A.** 2009. Evolution of bio phenolic compound in virgin olive oil during olive ripening of Algerian cultivars. *Laboratory of applied Biochemistry*, 151-161.

**Läudi M.W** and **Bruttel P.A.** 1986. Determination of The Oxidative Stability of fats and Oils: Comparison between the active oxygen method (AOCS Cd 12-57) and the rancimat method. *Journal of the American oil chemist's society*, 63 (6): 792-795.

**Lecoq R.**1965. Manuel d'analyse alimentaire et expertises usuelles. Ed. Doin. Paris

**Lesage-Meessen L., Navarroa D., Mauniera S., Sigoillota J-C., Lorquinb J., Delattrea M., Simonc J-L., Asthera M.et Labatb M.** 2001. Simple phenolic content in olive oil residues as a function of extraction systems. *Food Chemistry*, 75:501–507.

## *M*

**Maestri D.M. et Torres M.M.** 2006. The effects of genotype and extraction method on chemical composition of virgin olive oils from Traslasierra valley (Cordoba, Argentina). *Food Chemistry*, 96: 507–511.

**Marc F ., Davin A., Deglène-Benbrahim L., Ferrand C., Baccaunaud M. et Fritsch P.**2004. Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. *Médecine sciences*, 20(4) :1-24.

**Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R. M. et Oliveira B. P.P.** 2007b. Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. *Cobrancosa*, *Madural* and *Verdeal Transmontana*) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102: 406–414.

**Matos L. C., Pereira J. A., Andrade P. B., Seabra R. M. et Oliveira M. B. P.P.** 2007a.Evaluation of a numerical method to predict the polyphenols content in monovarietal olive oils. *Food Chemistry*, 102: 976–983.

**Mendel M. et Sebai A.** 2006. Catalogue des variétés algériennes de l'olivier, ITAF. Ed ISBN. (1840), 85-87.

**Mendoza J.A.** 1999. Separation des phases solide et liquide (Analyse des différentes méthodes). Séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oleotechnique, Florence, 10, 11 et 12 mars 1999. Conseil oleicole International, 1-20.

**Miniotti K.S. et Georgiou C.A.** 2008. High throughput flow injection bioluminometric method for olive oil antioxidant capacity. *Food Chem.* 109: 455-461.

**Molyneux P.** 2004. The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) For estimating antioxidant activity. *Songklanakarin Journal of Science Technology*, 26(2): 211-219.

**Morello J.R., Motilva M.J., Tovar M.J et Romero M.P.** 2004. Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage. With special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry* 85: 357–364.

**Mordret F., Jean-Louis C. et Lacoste.** 1997. Florence Contrôle de qualité/Analyses : méthodes physico-chimiques d'analyse des huiles d'olive. *OCL*, 4(5) :9-364.

**Mraïcha F., Ksantini M., Zouch O., Ayadi M., Sayadi S. et Bouaziz M.** 2010. Effect of olive fruit fly infestation on the quality of olive oil from Chemlali cultivar during ripening. *Food and Chemical Toxicology*, 48: 3235–3241.

## O

**Olivier D., Artaud J., Pinatel C., Durdec J.P et Guérère M.** 2003. Triacylglycerol and fatty acid compositions of French virgin olive oils. Characterization by chemometrics. *Journal of agricultural and Food Chemistry*, 51(19): 5723-5731.

**Ollivier D., Boubault. E., Pinatel C., Souillol S., Guérère M. et Artaud J.** 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique (2ème Semestre)*, 965:169-196.

**Oliveras-L'opez M.J., Innocenti M., Giaccherini C., Ieri F., Romani A. et Mulinae N.** 2007. Study of the phenolic composition of spanish and italian monocultivar extra virgin olive oils: Distribution of lignans, secoiridoidic, simple phenols and flavonoids. *Talanta*, 73:726–732.

**Osman A.M., Wong K.Y. et Fernyhough A.** 2006. ABTS radical-driven oxidation of polyphenols: Isolation and structural elucidation of covalent adducts. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 346: 321–329.

**Ouaouich A. et Chimi H.** 2007. Guide du producteur de l'huile d'olive in production de l'huile d'olive, 34:1-13.

**Owen R.W., Giacosa A., Hull W.E., Haubner R., Spiegelhalder B. H.Bartsch.** 2000. The antioxidant/anticancer potential of phenolic compounds isolated from olive oil. *European Journal of Cancer*, 36:1235-1247.

## P

**Panaro V., Clodoveo M. L., Leone A. et Montel G. L.** 2003. Productivité de différentes methodes de récolte et influence sur la qualité de l'huile d'olive vierge extra. *Olivae*, 98 : 29-35

**Patumi M., d'Andria R., Marsilio G. et Fontanazza G.** 2002. Olive and olive oil quality after intensive monocone olive growing (*Olea europaea L.*, cv. *Kalamata*) in different irrigation regimes. *Food Chemistry*, 77:27-34.

## R

**Rahmani M.** 1999. influence des ravageurs et des maladies de l'oliviere sur la qaulité des huiles d'olive vierges, 62-66

**Rahmani M.** 2007. Methodes D'évaluation de la Stabilité Oxydative Des Lipides. Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II. Les Technologies De Laboratoire, 20 (2) : 18-21.

**Ramadan M. F. et Moersel J.T.** 2006. Screening of the antiradical action of vegetable oils. Journal of Food Composition and Analysis, 19: 838–842.

**Ramirez-Tortosa M.C., Granados S. et Quiles J.L.** 2006. Chemical composition, types and characterisations of oil olive and heath. CABI publishing, 45-62.

**Rodriguez-Méndez M.L., Apetrei C. et de Saja J.A.** 2008. Evaluation of the polyphenolic content of extra virgin olive oils using an array of voltammetric sensors. Electrochimica Acta, 53 : 5867–5872.

**Roehly V.** 2000. La fabrication de l'huile d'olive : étude bibliographique, p 25.

**Rolland Y.** 2004. Antioxydants naturels végétaux. O.C.L, 11: 419- 424.

**Ruiz L.F., Rodriguez A.G., Fernandez M.H., Marquez A.J., Pozo P.L.D., Bernardino J.M., Ayuso T.R. et Ojeda M.U.** 1999. Consejería de agricultura y pesca. 2eme Ed. Informaciones técnicas comunidad europea, 17-44.

**Ryan D. et Robards K.** 1998. Phenolic compounds in olives. analyst, May, 123: 31-44.

**Ryan D., Robards K. et Lavee S.** 1998. Évaluation de la qualité de l'huile d'olive. Olivae, 72 : 28 – 30.

**Ryan D., Antolovich M., Prenzler P., Robards K. et Lavee S.** 2002. Biotransformations of phenolic compounds in *Olea europaea L.* Scientia Horticulturae, 92: 147-176.

## S

**Salas J.J., Sanchez J., Ramli U.S., Manaf A.M., Williams M. et Harwood J.L.** 2000. Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. *Progress in Lipid Research*, 39:151-180.

**Salvador M.D., Aranda F. et Fregapane G.** 2001. Influence of fruit ripening 'Cornicabra' virgin olive oil quality: A study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 73: 45-53.

**Samaniego Sanchez C., Troncoso González.A.M., García-Parrilla. M.C., Quesada Granados.J.J., López Garcia de la Serrana H. et López Martínez.M.C.** 2007. Different radical scavenging tests in virgin olive oil and their relation to the total phenol content. *Analytica Chimica Acta*, 593: 103–107.

**Sansoucy R.** 1984. Importance de la production oléicole et des sous-produits de l'olivier. In: « Utilisation des sous-produits en alimentation animale dans le bassin méditerranéen. », P:1- 46.

**Sanchez Casas J.J., De Miguel Gordillo C. et Marin Exposito J.** 1999. La qualité de l'huile d'olive provenant de variétés cultivées en Estrémadure en fonction de la composition et de la maturation de l'olive. *Olivae*, 75 : 31-36.

**Saykova I., Popovici C. et Tylkowski B.** 2009. Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. *génie industriel*, 4 : 25-39.

**Sébastien V.** 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. *CHIMIE*, 35 :1-153.

**Sekour B.** 2012. Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (H.O.V) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin).diplôme de magister spécialité technologie alimentaire , P :1-17.



**Silva S., Gomes L., Leitão F., Coelho A.V et Vilas Boas L.** 2006. Phenolic Compounds and Antioxidant Activity of *Olea Europaea* L. Fruits and Leaves. Food Science Technology Int, 12(5):385–396.

**Sinesio F., Esti M., Contini M. et Moneta E.** 2009. Phenolics compounds and temporal perception of bitterness and pungency in extra-virgin olive oils: Changes occurring throughout storage. Food Chemistry, 113: 1095–1100.

**Singleton V. I., Othofer R. et Lamuela-Raventos R. M.** 1999. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. Methods in enzymology, 299 :152-178.

## T

**Tamendjari A., Bellal M.M. et Angerosa F.** 2004. Influence of *Bactrocera oleae* infestation on olive oil quality during ripening of *Chemlal* olives. Italian Journal Food Science, 16 (3): 345-356.

**Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M. et Elamrani A.** 2011. Amélioration qualitative d’huiles d’olive produites dans le Maroc oriental. Les Technologies de Laboratoire , 6 (22) :1-12.

**Tovar M J., Paz Romero M., Girona J. et Motilva M J.** 2002. L-Phenylalanine ammonia-lyase activity and concentration of phenolics in developing olive (*Olea europaea* Lcv *Arbequina*) fruit grown under different irrigation regimes. Journal of Science of Food and Agriculture, 82:892-898.

**Tripoli E ., Giammanco M., Tabacchi G., Di Majo D., Giammanco S. et La Guardia M.** 2005. The phenolic compounds of olive oil: structure, biological activity and beneficial effects on human health. Nutrition Research Reviews, 18: 98–112.

## U

**Ugurlu A. H et Gülcan O.** 2011. Physical, Chemical and Antioxidant Properties of Olive Oil Extracted from Memecik Cultivar. *Akademik Gıda*, 9 (2): 13-18.

## V

**Viola P et Viola M.** 2009. Virgin Olive Oil as a Fundamental Nutritional Component and Skin Protector. *Clinics in Dermatology*, 27:159–165.

## Y

**Youssef O., Taamalli A., Gomez-Caravaca A. M., Segura-Carretero A., Fernandez-Gutiérrez A. et Zarrouk M.** 2011. Caractérisation and quantification of phenolic compounds of extra-virgin olive Oils according to their geographical origin by a rapid and resolute LC–ESI-TOF MS method. *Food Chemistry*, 127:1263–1267.

## Z

**Žanetić M., Cerretani L., Škevin D., Politeo O., Vitanović E., Jukić Špika M., Perica S. et Ožić M.** 2013. Influence of polyphenolic compounds on the oxidative stability of virgin olive oils from selected autochthonous varieties. *Journal of Food, Agriculture & Environment*, 11 (1): 126 - 131.

**Zarrouk M., Marzouk B., Ben Miled Daoud D. et Chérif A.** 1996. Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition. *Olivae*, 61:41-45.

**Zarrouk W., Baccouri B., Taamalli W., Trigui A., Daoud D. et Zarrouk M.** 2009. Oil fatty acid composition of eighteen Mediterranean olive varieties cultivated under the arid conditions of Boughrara (southern Tunisia). *Grasas y Aceites*, 60 (5): 498-506.

# **Annexes**

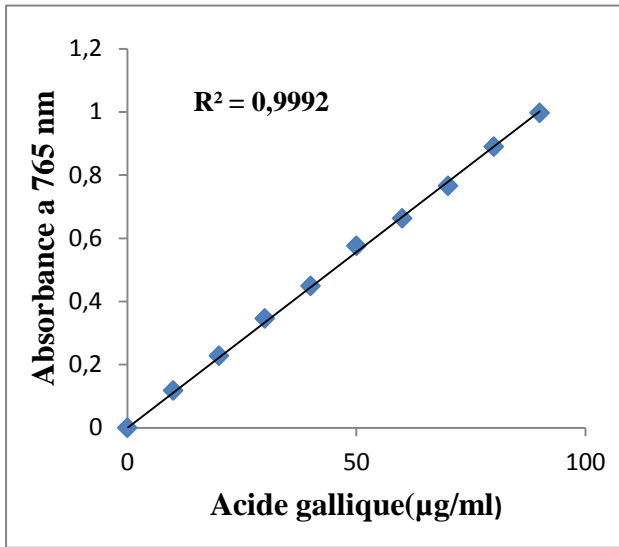


Figure 1 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques

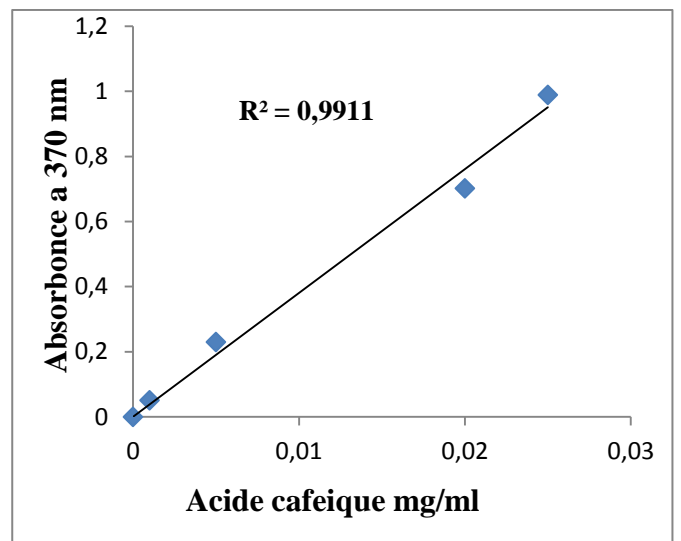


Figure 2 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des orthodiphénols

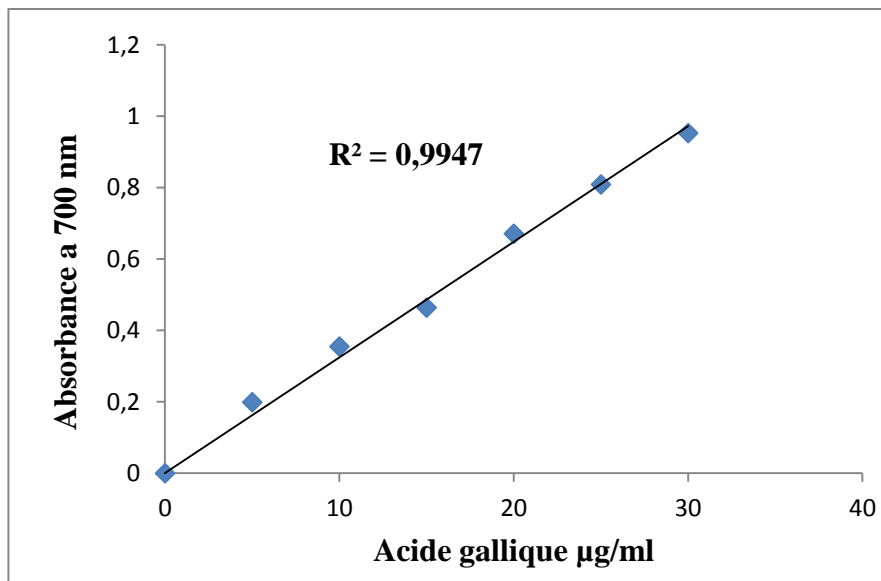


Figure 3 : Courbe d'étalonnage pour le pouvoir réducteur

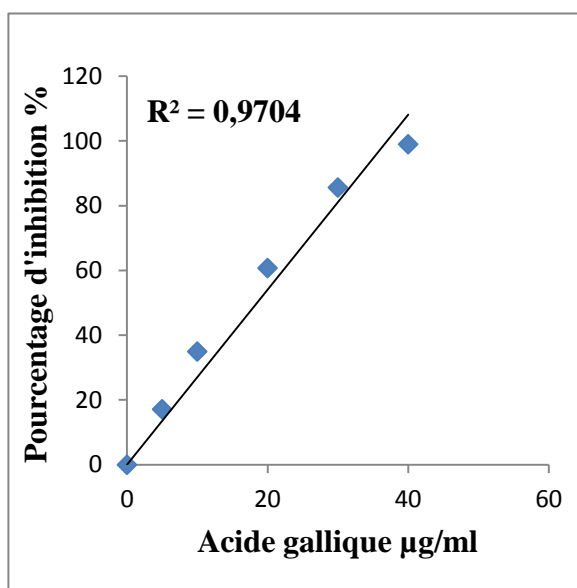


Figure 1 : courbe d'équivalence pour pouvoir Antiradicalaire (DPPH) de l'huile

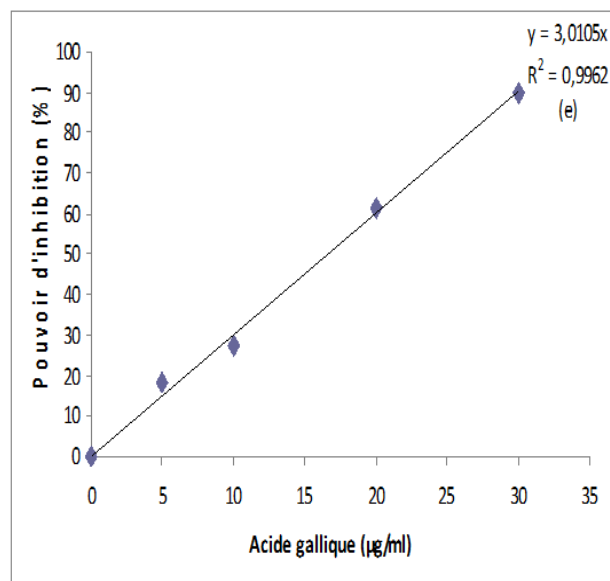


Figure 2 : Courbe d'équivalence pour le pouvoir Antiradicalaire (DPPH) de l'extrait méthanolique.

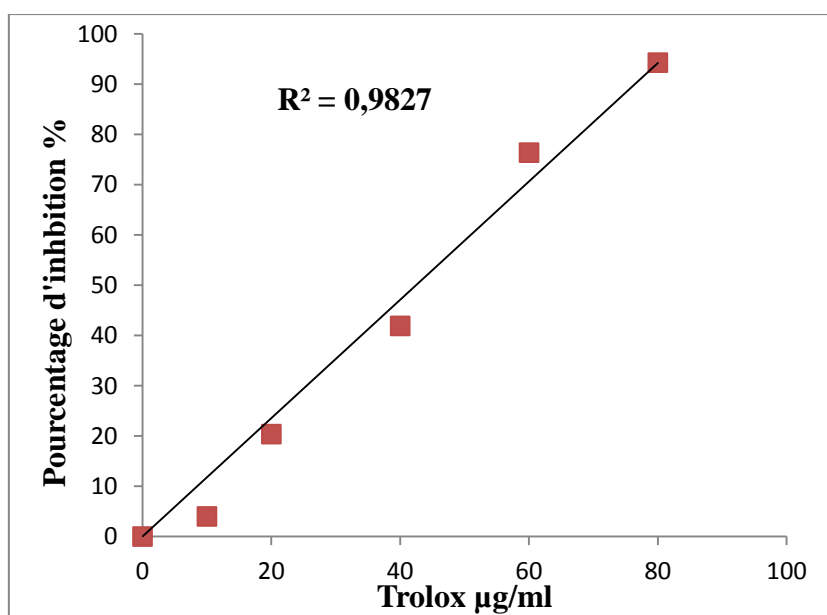


Figure 3 : Courbe d'équivalence pour le pouvoir anti radicalaire (ABTS) de l'extrait méthanolique.



Tableau I : Matrice de corrélation

	Indice de maturité	Rendement	Chlorophylles	Caroténoïdes	Composés phénoliques	Indice d'amertume	<i>Ortho</i> -diphénols	Pouvoir réducteur	Activité antiradicalaire des extraits DPPH %	Activité antiradicalaire d'extrait DPPH C	Activité antiradicalaire d'huile DPPH %	Activité antiradicalaire d'huile DPPH C	Activité antiradicalaire d'extrait ABTS %	Activité antiradicalaire d'extrait ABTS C
Indice de maturité	1													
Rendement	0,97	1												
Chlorophylles	-0,96	-0,96	1											
Caroténoïdes	-0,94	-0,97	0,95	1										
Composés phénoliques	-0,95	-0,97	0,94	1,00	1									
Indice d'amertume	-0,96	-0,92	0,87	0,91	0,92	1								
<i>Ortho</i> -diphénols	0,24	0,28	-0,34	-0,12	-0,08	-0,04	1							
Pouvoir réducteur	-0,91	-0,97	0,95	0,94	0,93	0,81	-0,41	1						
Activité antiradicalaire d'extrait DPPH %	0,53	0,61	-0,64	-0,48	-0,44	-0,32	0,90	-0,73	1					
Activité antiradicalaire d'extrait DPPH C	0,53	0,61	-0,64	-0,48	-0,44	-0,32	0,90	-0,73	1,00	1				
Activité antiradicalaire d'huile DPPH %	-0,96	-0,92	0,91	0,87	0,87	0,95	-0,28	0,84	-0,51	-0,51	1			
Activité antiradicalaire d'huile DPPH C	-0,96	-0,92	0,91	0,87	0,87	0,95	-0,28	0,84	-0,51	-0,51	1	1		
Activité antiradicalaire d'extrait ABTS %	-0,98	-0,98	0,95	0,96	0,96	0,95	-0,23	0,94	-0,54	-0,54	0,96	0,96	1	
Activité antiradicalaire d'extrait ABTS C	-0,90	-0,85	0,95	0,96	0,96	0,95	-0,32	0,94	-0,54	-0,54	0,96	0,96	1,00	1

Les valeurs en rouge indiquent une corrélation significative ( $p < 0,05$ ).

## Résumé

La présente étude a pour objectif d'évaluer le pouvoir antioxydant des extraits phénoliques de l'huile de la variété *Chemlal* à quatre dates de récolte différentes et de déterminer la période optimale de récolte.

La composition en acides gras est influencée par le degré de maturité. Toutes les huiles ont des proportions en acide oléique supérieures à 65%, l'huile issue des olives du deuxième stade renferme la teneur la plus élevée (66,89 %). L'huile issue des olives de la première récolte est la plus riche en pigments (chlorophylle et caroténoïde) et en polyphénols totaux ; leurs teneurs diminuent considérablement au cours de la maturation des olives. Alors que la teneur la plus élevée en *ortho*-diphénols est enregistré dans les olives issue de la deuxième récolte.

L'huile d'olive de la variété *Chemlal* présente une diminution de l'activité antiradicalaire (radical DPPH) de l'huile d'olive au cours de la maturation des olives, la même évolution est observée pour le pouvoir réducteur et antiradicalaire (radical ABTS) des extraits phénoliques des quatre échantillons d'huiles. L'extrait méthanolique de l'huile issue des olives du deuxième stade se montre le plus performant avec une meilleure capacité scavenger DPPH.

**Mots clés :** Huile d'olive; maturation; polyphénols; antioxydants ; activité antioxydante.

## Summary

The present study aims to evaluate the antioxidant capacity of phenolic extracts of oil, variety *Chemlal*, on four different dates of harvest and to determine the optimal period of harvest.

The composition in fatty acids is influenced by the degree of maturity all oils have proportions in oleic acid higher than 65%, oil resulting from olives of the second stage contains the highest tenor (66,89 %). oil resulting from olives of the first harvest is richest in pigments (chlorophyll and carotenoid) and in total polyphenols; their contents decrease considerably during the maturation of the olives. whereas the highest content of *ortho*-diphenols is recorded in the olives exit of the second harvest.

The olive oil of the *Chemlal* variety presents a reduction in the activity antiradicalaire (radical DPPH) of the olive oil during the maturation of olives, the same evolution is observed for the reduction and antiradicalaire (radical ABTS) of the phenolic extracts of the four oil samples. The extract methanolic of oil resulting from olives of the second stage is shown most powerful with a better capacity scavenger DPPH.

**Key words:** Olive oil; maturation; polyphenols; antioxydants; antioxydant activity.